

**Magnetisierung und Bereichsstruktur von
(110)–Ni–Fe–Invar–Einkristallscheiben zwischen
Raumtemperatur und Curie-Punkt**

Heinrich Stremme

1973



Digitized by the Internet Archive
in 2026

Magnetisierung und Bereichsstruktur von (110)-Ni-Fe-
Invar-Einkristallscheiben zwischen Raumtemperatur und
Curie-Punkt

Dissertation
der
Fakultät
für
Physik
der

Ludwig-Maximilians-Universität
München

Zur Beurteilung eingereicht

von

Heinrich Stremme

am 26.4.73



1. Berichterstatter: Professor Dr.J.Kranz
2. Berichterstatter: Professor Dr.K.Stierstadt

Tag der mündlichen Prüfung: 25.6.1973

Inhaltsverzeichnis	Seite
I EINFÜHRUNG UND PROBLEMSTELLUNG	4
II EINKRISTALLPROBEN UND EXPERIMENTELLE ANORDNUNGEN	
1. Herstellung der (110)-Scheiben	6
2. Glühbehandlung	6
3. Methode zur Bestimmung der pauschalen Zusammensetzung	9
4. Lokale Zusammensetzung - Aufnahme der Konzentrationsprofile mit der Mikrosonde	10
5. Anordnungen zur Beobachtung der Bereichsstruktur und Messung der Oberflächenmagnetisierung bis T_c	12
6. Meßanordnung für die Volumenmagnetisierung bis T_c	13
7. Präparation der Mössbauer-Proben	13
III BEREICHSSTRUKTUR DER MIT 50 Hz ENTMAGNETISIERTEN (110)-SCHEIBEN BEI ZIMMERTEMPERATUR	14
A Bereichsbilder	
1. 38.7 at.-% Ni Rest Fe (39.9 wt.-%)	14
2. 34.2 at.-% Ni Rest Fe (35.3 wt.-%)	16
3. 31.6 at.-% Ni Rest Fe (32.7 wt.-%)	17
4. 29 at.-% Ni Rest Fe (30 wt.-%)	17
B Diskussion der Bereichsstrukturen im Invargebiet	
1. Allgemeine Überlegungen	19
2. Abweichung der LR von [100]	21
3. Abhängigkeit der Bereichsstruktur vom Konzentrationsprofil	
a) Erzeugung von Spannungen durch Konzentrationsgradienten	23
b) Vergleich der Konzentrationsprofile mit der entsprechenden Bereichsstruktur	25
c) Berechnung der Abweichung der LR von [100] für eine bestimmte Probe	28
d) Einwirkung von Verunreinigungen aus Si und Al	32
4. Veränderung der Bereichsstruktur durch Homogenisierung	
a) Abschätzung der Diffusionsbedingungen	35
b) Experimentell durch Homogenisierung erzielte Bereichsstrukturen	36
c) Diskussion der magnetischen Eigenschaften homogenisierter Proben	39

IV	VOLUMENMAGNETISIERUNGSKURVEN BEI TEMPERATUREN BIS T_c UND BESTIMMUNG VON $M(0,T)$ UND K_1	
1.	Einführung	40
2.	Magnetisierungskurven bei Zimmertemperatur	
a)	Meßkurven und Ermittlung von K_1	42
b)	Gegenüberstellung von Messungen vor und nach der Homogenisierung	42
3.	Magnetisierungskurven bei Temperaturen bis T_c	
a)	Meßkurven und daraus Ermittlung der Variation von K_1 mit der Temperatur	44
b)	Einfluß der Homogenisierung und Auswirkung einer Anreicherung von Ni	44
c)	Abhängigkeit der spontanen Magnetisierung $M(0,T)$ von der Temperatur	50
d)	Bestimmung von T_c	52
V	OBERFLÄCHEN- BZW. KERR-MAGNETISIERUNGSKURVEN UND BEREICHS- BILDER VON ZIMMERTEMPÉRATUR BIS T_c	
1.	Vorüberlegungen	53
2.	Bei Zimmertemperatur	
a)	Bereichsbilder	55
b)	Kerr-Magnetisierungskurven	57
c)	Diskussion der Ergebnisse der Bereichsbeobachtungen und Kerr-Magnetisierungskurven	64
3.	Bei bis T_c erhöhten Temperaturen	
a)	Vorbemerkungen	64
b)	Typische Kerr-Magnetisierungskurven	65
c)	Auswirkung der Oberflächenanreicherung von Ni	69
d)	Bereichsstrukturen	72
4.	Diskussion der Bereichsstrukturen - Temperatur- und Konzentrations-Abhängigkeit	77
VI	MAGNETISCHE HFS-AUFSPALTUNG (MÖSSBAUER-EFFEKT)	
1.	Magnetische Eigenschaften der Mössbauer-Proben	79
2.	Mössbauer-Spektren	81
3.	Diskussion der Hfs-Aufspaltung	85
VII	ÜBERSICHT ÜBER DIE MESSERGEBNISSE UND FOLGERUNGEN DAR AUS	87
VIII	ZUSAMMENFASSUNG	96

ANHANG: Kerr-Magnetisierungskurven und Bereichsbilder
bei Zimmertemperatur für $H \parallel [011]$ und $H \parallel [111]$
sowie Beobachtungen des entmagnetisierenden Fel-
des und der Rückdrehung der Spins

1. $H \parallel [011]$	
a) Bereichsbilder	I
b) Kerr-Magnetisierungskurven	VI
c) Diskussion der $[011]$ -Kerr-Magnetisierungs- kurven	XIII
2. $H \parallel [111]$	
a) Bereichsbilder	XIII
b) Kerr-Magnetisierungskurven	XIV
c) Diskussion der $[111]$ -Kerr-Magnetisierungs- kurven	XXI
3. Zusammenfassung des Anhanges	XXIII

I EINFÜHRUNG UND PROBLEMSTELLUNG

Mit Ni-Fe-Invar bezeichnet man die kubisch flächenzentrierten (kfz) Nickel-Eisen-Legierungen mit 25 - 40 Atom % Ni Rest Fe, da diese nur minimale Temperatúrausdehnungskoeffizienten haben¹⁾²⁾. Diese werden verursacht durch die große positive Volumenmagnetostriktion und die Tatsache, daß die Curie-Temperatur T_c dieser Legierungen in der Nähe der Raumtemperatur liegt²⁾⁻⁶⁾. Damit verbunden sind weitere ungewöhnliche physikalische Eigenschaften: ein schnelles Absinken der Zahl der Bohrschen Magnetonen pro Atom n_B ⁵⁾⁷⁾ und ein kräftiges Ansteigen des spezifischen Widerstandes ρ mit Abnahme des Ni-Gehaltes⁸⁾⁹⁾, eine große Druckabhängigkeit der Curietemperatur T_c ¹⁰⁾⁻¹³⁾, der spontanen Magnetisierung $M(0,T)$ ¹⁴⁾⁻¹⁷⁾ und des spezifischen Widerstandes¹⁵⁾¹⁶⁾ und ein Ansteigen der Elastizitätskonstanten mit der Temperatur¹⁸⁾⁻²⁵⁾.

Nach Mössbauer-Messungen der letzten Jahre scheint in kfz 29 % Ni-Fe bei Raumtemperatur keine magnetische Hyperfeinstruktur Aufspaltung stattzufinden²⁶⁾⁻³³⁾, obwohl bei dieser Legierung T_c mit 50°C noch deutlich über der Raumtemperatur liegt⁵⁾⁶⁾. Durch diesen Widerspruch zwischen paramagnetischem Mössbauer-Spektrum und makroskopischem ferromagnetischem Verhalten wurden die Invarlegierungen in den letzten Jahren für Experimentatoren und Theoretiker noch interessanter, als sie es vorher schon waren.

Zur Erklärung der Invar-Effekte wurden sowohl Modelle mit lokalisiertem Spin, als auch Bandmodelle vorgeschlagen. Nach dem Heisenbergmodell sollen Ni-Ni und Ni-Fe Paare ferromagnetisch koppeln, während Fe-Fe Paare im kfz Gitter entsprechend der Lage ihrer Austauschenergie auf der Bethe-Slater Kurve antiferromagnetisch koppeln sollen³⁴⁾⁻³⁹⁾.

Dieser Vorstellung von lokalisierten Spins stehen zwei Bandmodelle gegenüber. Das Modell von R.J.Weiss⁴⁰⁾⁴¹⁾ und A.P.Midownik⁴²⁾⁴³⁾ setzt zwei verschiedene elektronische Konfigurationen von Fe im Invargebiet voraus, eine antiferromagnetische γ_1 und eine ferromagnetische γ_2 Konfiguration.

Nach E.P.Wohlfarth⁴⁴⁾⁻⁵¹⁾, J.Mathon⁴⁵⁾⁵²⁾, M.Shimizu⁵³⁾⁵⁴⁾, A.Katsuki und K.Terao⁵⁵⁾⁵⁶⁾ und M.Shiga⁵⁷⁾ verhält sich Invar wie ein sehr weicher Bandferromagnet (very weak itinerant ferromagnet). Dies Modell entspricht dem Modell von Stoner⁵⁸⁾ für den Fall sehr kleiner Austausch- aufspaltung der Energiebänder.

Beim Vergleich der Modelle mit den experimentellen Ergebnissen muß berücksichtigt werden, daß in den Ni-Fe-Invarlegierungen leicht Konzentrationsschwankungen auftreten, die wegen der großen Konzentrationsabhängigkeit der Effekte die Ergebnisse stark beeinflussen⁵⁹⁾⁻⁶²⁾. Wegen der starken Druckabhängigkeit von $M(0,T)$ und T_c sollten die Proben auch nicht verformt und verspannt werden.

Ansichts der bisherigen experimentellen Ergebnisse wurde die vorliegende Arbeit unter folgenden Gesicht- und Programmpunkten durchgeführt:

1. Wenn tatsächlich neben ferro- auch para- oder antiferromagnetische Gebiete existieren, so sollte die durch den Kerr-Effekt sichtbar gemachte magnetische Bereichsstruktur⁶³⁾⁻⁶⁶⁾ diese erkennen lassen. Auch mikroskopisch kleine nicht ferromagnetische Gebiete sollten zumindest die dynamische Bereichsstruktur beeinflussen und an ihrer Wirkung erkennbar sein.
2. Die Proben müssen, um eine eindeutige Aussage zu erlauben, homogen in der Zusammensetzung und unverspannt sein. Diese Bedingung widerspricht nicht der Forderung nach (110) Einkristallscheiben, um einfache Bereichsstrukturen zu erhalten. Wegen der großen Empfindlichkeit der magnetischen Bereichsstruktur gegen mechanische Spannungen, konnte diese noch zusätzliche Informationen über den Zustand der Proben liefern⁶⁷⁾.
3. An den Proben wird jeweils neben der Beobachtung der Bereichsstruktur bei Zimmertemperatur auch die Volumen- und Oberflächenmagnetisierungskurve bis T_c gemessen und daraus die Anisotropiekonstante K_1 , die spontane Magnetisierung $M(0,T)$ und die Curietemperatur T_c bestimmt.
4. Um den Widerspruch zwischen bisherigen Mössbauer-Messungen und Bestimmungen des magnetischen Momentes klären zu können, werden von Proben, an denen bereits Bereiche beobachtet und deren spontane Magnetisierung gemessen worden ist, nach dem Abschleifen Mössbauer-Spektren aufgenommen.

II EINKRISTALLPROBEN UND EXPERIMENTELLE ANORDNUNGEN

1. Herstellung der (110)-Scheiben

Das gesinterte Ausgangsmaterial, dessen maximale Abweichung von der in Gew.-% angegebenen Zusammensetzung 0,1 % betrug, lieferte die Firma Vacuumschmelze GmbH in Hanau. Die Hauptverunreinigungen waren Molybdän mit ca. 0,005 %, Kohlenstoff mit ca. 0,003 % und Schwefel mit ca. 0,001 %.

Die Einkristalle wurden in zylindrischen Tiegeln aus der Schmelze gezogen^{*)}. Die von den Einkristallstäben abgeschnittenen Scheiben erhielten durch Abschleifen mit SiC und 7 μ Diamantpaste eine kreisrunde und planparallele Form (Abweichung von der Kreisform und der Parallelität: $\pm 0,01$ mm) mit einem Durchmesser von 7,5 mm und im allgemeinen einer Dicke von 0,2 bis 0,3 mm. Die Oberfläche war jeweils besser als auf 0,5° parallel zu einer (110)-Ebene orientiert.

Die Laue-Aufnahmen Abbildung 1 bis 5 (Durchmesser des abgebildeten Kreises: 16 mm) von in Abschnitt III (S. 14) gezeigten Scheiben der Konzentration 38,7 at.-% Ni-Fe, 34,2 at.-% Ni-Fe, 31,6 at.-% Ni-Fe und 29,0 at.-% Ni-Fe lassen keine Unterschiede zwischen den Strukturen der Kristalle erkennen, und auch die Subkorngrenzen haben in allen Fällen nicht wesentlich größere Winkel als 0,1°. Die Röntgenstrahlblende hatte einen Innendurchmesser von 1,0 mm und eine Strahldivergenz von ca. 0,2°, so daß die Reflexe ein Abbild eines Kreisflecken der Einkristallscheibe mit ca. 1,2 mm Durchmesser lieferten. Da der Abstand Probe-Film 57 mm betrug, entspricht eine Aufspaltung der mittleren Reflexe von 1 mm einer Subkorngrenze von 0,5°.

Die verhältnismäßig großen Verzerrungen bzw. Subkorngrenzen der 31,6 at.-% Ni-Fe-Scheibe in Abb. 3 konnten durch eine lange Glühung (200 h bei 1300°) deutlich abgebaut werden (Abb. 4).

2. Glühbehandlung

Durch eine in der Regel fünfstündige Glühung im Wasserstoff bei 1300°C wurden die Oberflächen rekristallisiert und mechanische Verspannungen abgebaut. Die Scheiben lagen während der Glühung zwischen zwei

^{*)} Herrn Dipl.-Phys. O.D.Scherber danke ich für die Herstellung der Einkristalle



Abb. 1 Laue-Reflexe einer 38.7 at.-% Ni-Fe-Scheibe

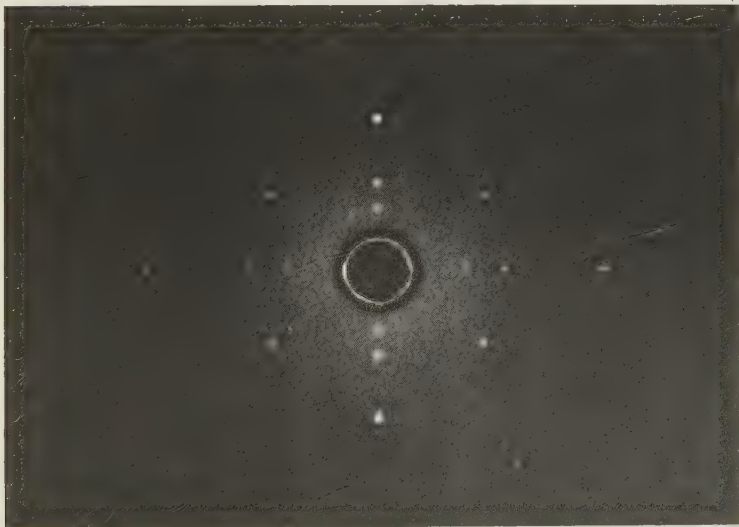


Abb. 2 Laue-Reflexe einer 34.2 at.-% Ni-Fe-Scheibe



Abb. 3 Laue-Reflexe einer 31.6 at.-% Ni-Fe-Scheibe

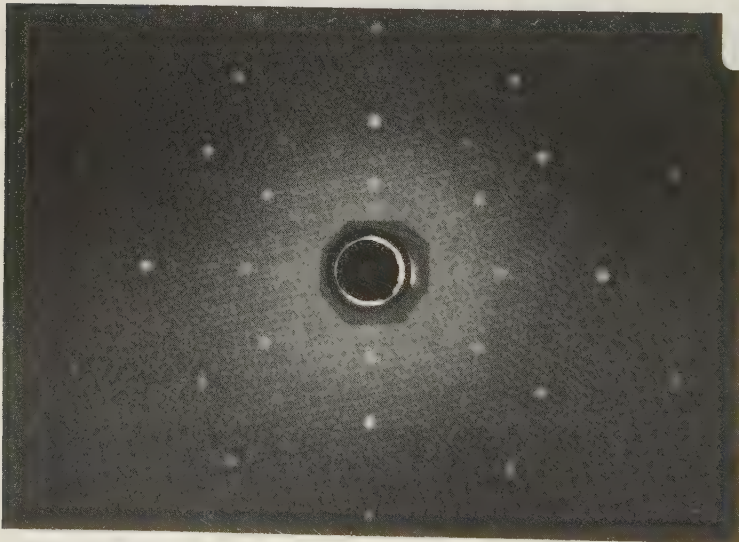


Abb. 4 Laue-Reflexe derselben Ni-Fe-Scheibe wie in Abb. 3 nach einer Glühung von 200 h bei 1300°C im Wasserstoff

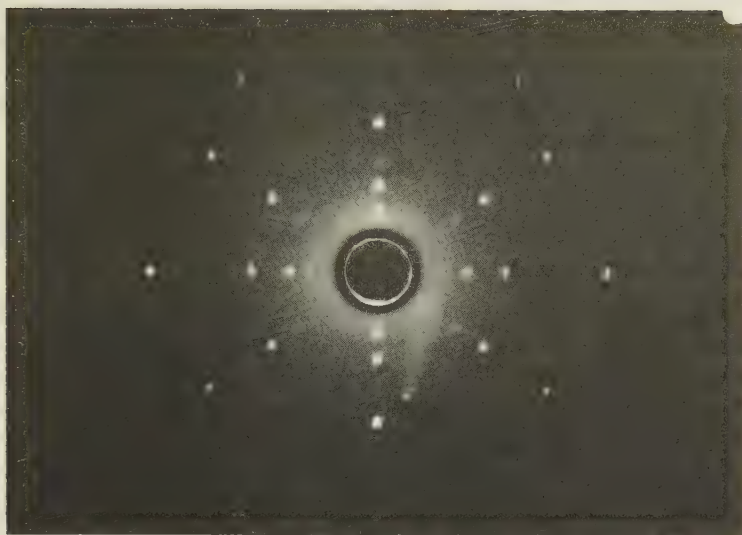


Abb. 5 Laue-Reflexe einer 29.0 at.-% Ni-Fe-Scheibe

Al_2O_3 -Platten. Diese waren entweder Saphirplatten^{*)} oder gesinterte Platten aus 99.7 % reinem Al_2O_3 . Durch das Abdecken konnte bei ca. 1300°C und langsamem H_2 -Strom ($1 \text{ cm}^3/\text{sec}$) die Belegung der Oberflächen mit den durch eine Reduktion von SiO_2 ⁶⁸⁾, der Hauptverunreinigung von gesinterten Platten, und von Al_2O_3 ⁶⁷⁾ entstandenen Suboxiden von Si und Al fast ganz vermieden werden. Zwei Scheiben (38.9 at.-% Ni-Fe und 34.2 at.-% Ni-Fe) wurden je dreimal im Vakuum 5 h bei 1300°C geglüht, wobei die (110)-Flächen abgedeckt waren und nur vom Rand Material wesentlich abdampfen konnte, was dort zu einer deutlichen Anreicherung von Ni führte⁶⁷⁾. Die Abkühlung erfolgte in der Regel mit ca. $50^\circ\text{C}/\text{h}$.

3. Methode zur Bestimmung der pauschalen Zusammensetzung

Die Zusammensetzung der Scheiben wurde durch Röntgen-Fluoreszenz-Analyse mit einem kommerziellen Gerät der Firma Siemens AG bestimmt. Als Eichmaterial dienten Teile der gesinterten Ausgangslegierung. Bei

^{*)} Herrn Dr. Druminski vom Forschungslabor der Firma Siemens AG danke ich für die Überlassung zweier Saphirplatten.

einem mittleren Fehler der Röntgen-Fluoreszenz-Analyse von 0.1 % in der Zusammensetzung ergab sich damit ein mittlerer Fehler für die Scheiben von ca. 0.2 at.-%. Die gemessenen mittleren Ni-Konzentrationen der Proben stimmten im Rahmen der Meßgenauigkeit mit den angegebenen der Ausgangslegierungen überein.

Im Folgenden bedeuten die %-Angaben stets at.-% Ni Rest Fe.

4. Lokale Zusammensetzung - Aufnahme der Konzentrationsprofile mit der Mikrosonde

Abb. 6 zeigt das Phasendiagramm nach Hansen⁷²⁾ mit den für die folgenden Diskussionen wichtigsten Kurven. Außerdem ist der gemessene Temperaturausdehnungskoeffizient α_f für 0°C und der von hohen Temperaturen auf 0°C herunterextrapolierte paramagnetische Temperaturausdehnungskoeffizient α_p nach Tanji⁴⁾ eingezeichnet.

Bei hohen Temperaturen existiert eine lückenlose Reihe von kfz Mischkristallen. Durch Abkühlen wird für geringe Ni-Konzentrationen eine (martensitische) Umwandlung der kfz γ -Phase in die krz α -Phase bei der Starttemperatur M_s verursacht. Bei Erhitzen gibt es eine (austenitische) Umwandlung von der α - zurück in die γ -Phase.

Die Schmelzkurve hat bei 60 % ein Minimum und verläuft rechts und links davon leicht oberhalb der Erstarrungskurve. Es wird daher beim Aufschmelzen und damit auch beim Ziehen von Einkristallen leicht eine lokale teilweise Entmischung stattfinden. Darum ist es sehr wahrscheinlich, daß die gezeigten Einkristallscheiben inhomogen in der Zusammensetzung sind. Daß dadurch in den Proben Spannungen entstehen, außer bei 38.7 % liegt am Verlauf der ferromagnetischen und paramagnetischen Temperaturausdehnungskoeffizienten mit der Ni-Konzentration.

Die Konzentrationsprofile einiger Einkristallscheiben wurden mit der Mikrosonde von Weber-Diefenbach im Institut für allgemeine und angewandte Geologie und Mineralogie der Universität München aufgenommen. 25 kV beschleunigten die gebündelten Elektronen, die einen Präparatstrom von 20 nA lieferten. Die angeregte charakteristische Röntgenstrahlung wurde mit zwei Spektrometern (Kristall+Szintillationszähler) gleichzeitig analysiert. In Abständen von 10 μ und bei den Proben mit kleinerem Konzentrationsgradienten von 25 μ wurden die über 10 sec gemittelten Im-

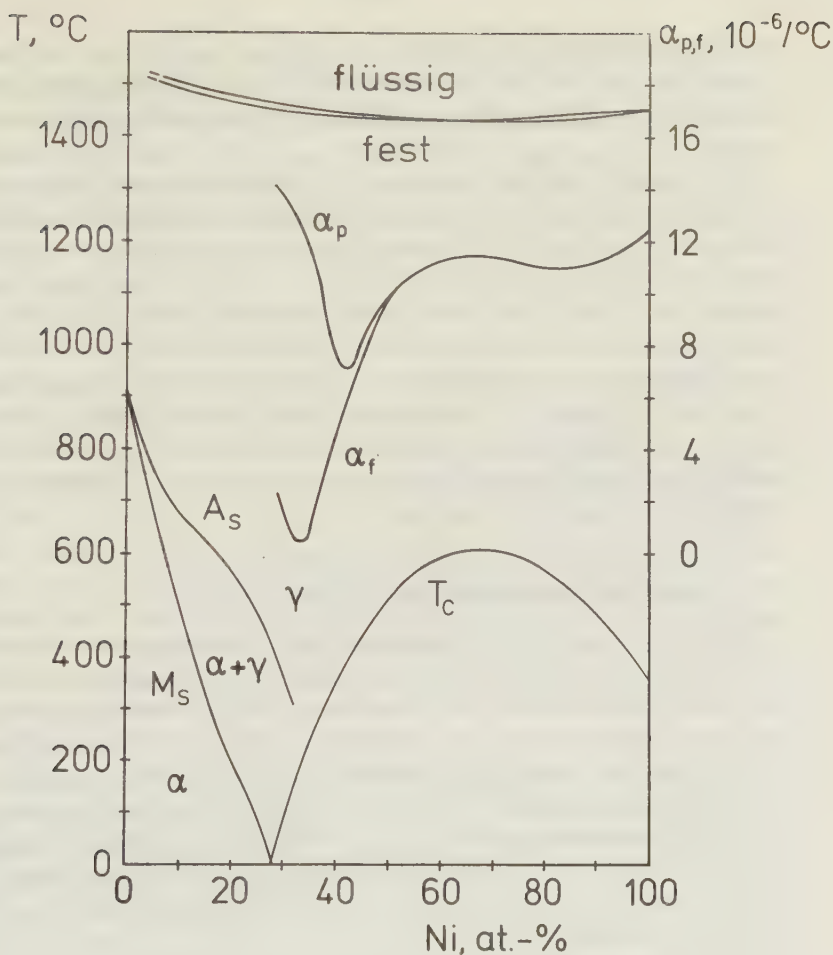


Abb. 6 Phasendiagramm nach Hansen⁶⁹⁾ mit

M_s : = Starttemperatur für Martensit-Umwandlung

A_s : = Starttemperatur für Anstenit-Umwandlung

T_c : = Curietemperatur nach Crangle und Hallam⁵⁾
und nach Bolling, Arrot und Richman⁶⁾

α_f : = ferromagnetischer und

α_p : = paramagnetischer Temperaturausdehnungskoeffizient nach Tanji⁴⁾

pulse aufgezeichnet. Der Quotient aus den Impulsen von Ni und denen von Fe ergab ein Maß für die Zusammensetzung. Als Eichwerte dienten die mittleren Zusammensetzungen, die denen des Rohmaterials gleich gesetzt wurden.

Eine Variation des Quotienten um 25 % entsprach einer Variation in der Zusammensetzung von $\Delta c = 5 \text{ at.}\%$. Für den Quotienten des einzelnen Meßpunktes ergab sich ein mittlerer statistischer Fehler von ca. 1 %; da aber die Konzentrationsgradienten durch die mindestens einmalige Glühung von 5 h bei 1300°C schon etwas abgeflacht waren, wurde bei der Auswertung jeweils über 5 und mehr Meßpunkte gemittelt, so daß sich für den mittleren statistischen Fehler der Zusammensetzung $\Delta c \approx 0.1 \text{ at.}\%$ ergab. Andere Fehler, wie zum Beispiel Oberflächeneinflüsse, konnten durch die Quotientenbildung weitgehend vermieden werden. Kontrollmessungen bestätigten das ermittelte Konzentrationsprofil im Rahmen des angegebenen statistischen Fehlers.

5. Anordnungen zur Beobachtung der Bereichsstruktur und Messung der Oberflächenmagnetisierung bis T_c

Zur Beobachtung der Bereichsstruktur bei Zimmertemperatur diente eine übliche Kerr-Beobachtungs-Einrichtung mit einer Quecksilber-Hochdruck-Dampflampe, wie sie bei Kranz und Hubert⁶⁵⁾ beschrieben werden. Der Einfallswinkel betrug in der Regel ca. 20° . Zur Erhöhung des Kontrastes waren die Einkristallscheiben auf beiden Seiten mit einer $\lambda/4$ -ZnS-Schicht bedampft⁶⁵⁾. Bei höheren Temperaturen und zur Messung der Oberflächenmagnetisierung⁷⁰⁾⁷¹⁾⁷²⁾ diente als Lichtquelle ein stabilisierter 5 mW He-Ne-Laser, um die Erhöhung des Kontrastes durch bessere Parallelität und höhere Intensität auszunutzen und eine konstante Bezugsintensität zu erhalten.

Da das Verhältnis der Magnetostraktion zur Kristallanisotropieenergie bei Invarlegierungen noch größer als bei Nickel ist, wird die Bereichsstruktur durch kleinste Verspannungen bereits gestört. Um solche Verspannungen zu vermeiden, wurden die Einkristallscheiben nur am Rand mit einer selbstklebenden Folie gehalten, so daß es möglich war, Bereiche auf beiden Seiten zu beobachten, ohne die Probe aus der Halterung zu lösen. Bei höheren Temperaturen lag die Einkristallscheibe zwischen einem Asbestring und einer Asbestplatte, die nur so leicht mechanisch

zusammengedrückt wurden, daß bei Änderungen des Magnetfeldes die Probe gerade nicht mehr wackelte.

Geheizt wurden die Scheiben in einem Hochvakuumbehälter durch die Strahlung eines zylinderförmigen Ofens. Die Beobachtungsfenster waren keilförmig zur Vermeidung von Interferenzen. Die Temperatur wurde mit einem kommerziellen Thermoelement gemessen. Die maximale Abweichung der gemessenen Temperatur von derjenigen der Probe betrug bei 300°C ca. $\pm 5^{\circ}\text{C}$.

6. Meßanordnung für die Volumenmagnetisierung bis T_c

Die Magnetisierungskurven wurden quasistatisch mit 0.01 Hz und nahe T_c mit 0.1 Hz durchfahren und induktiv gemessen. Dabei wurde das mit einem Fehler von $\leq 0.1\%$ integrierte Signal direkt gegen die mit einer Hall-Sonde gemessene Feldstärke aufgeschrieben. Die Induktionsspule mit drehbarer Probenhalterung befand sich in dem oben bereits erwähnten Heizzylinder. Für schnellen Temperaturengleich sorgten 50 Torr Wasserstoff. Die Temperatur wurde mit einem unmagnetischen Cu-K-Thermoelement gemessen. Der maximale Fehler erreichte dabei ca. $\pm 3^{\circ}\text{C}$ für eine Temperatur von 300°C . Die spontane Magnetisierung $M(0,T)$ in Gauß wurde durch Vergleich mit einem festen Eichwert auf ca. 3 % genau bestimmt.

7. Präparation der Mössbauer-Proben

Zur Messung der Hyperfeinstrukturaufspaltung mit dem Mössbauer-Effekt wurden Einkristallscheiben, an denen vorher Bereiche beobachtet und Magnetisierungskurven bis T_c aufgenommen worden waren, auf 30 bis 40μ mit SiC und 7μ Diamantpaste abgeschliffen. Da dadurch Spannungen entstanden und bei 29 at.-% Ni-Fe zumindest eine teilweise Umwandlung der kfz Struktur in eine krz Struktur stattfand³⁰⁾⁶⁹⁾ wurden diese Proben anschließend noch 5 h bei 1300°C im Wasserstoff gegläht. Die Spannungen führten zu einer Umkristallisation, die bei einigen Proben fast das ganze Volumen erfaßte. Die neu entstandenen Kristallite hatten annähernd eine (100)-Oberfläche und zeigten die für kfz Gitter typischen Laue-Reflexe. Zur Bereichsbeobachtung erhielten die Mössbauer-Proben eine $\lambda/4$ ZnS-Schicht.

III BEREICHSSTRUKTUR DER MIT 50 Hz ENTMAGNETISIERTEN (110)- SCHEIBEN BEI ZIMMERTEMPORATUR

Bei allen Bereichsbildern liegt die [100]-Achse, zu der das idealisierende Magnetfeld im allgemeinen parallel gerichtet war, horizontal.

A Bereichsbilder

1. 38.7 at.-% Ni Rest Fe (39.9 wt.-%)

Die Abbildung 7 zeigt die verhältnismäßig einfache Bereichsstruktur der Vorder- und der Rückseite einer 38.7 % Einkristallscheibe. Die Balkenstruktur, bei der die parallel bzw. antiparallel zur [100]-Achse magnetisierten Domänen durch 180° -Bloch-Wände getrennt sind, entspricht derjenigen von (110)-Siliziumeisenoberflächen⁷³⁾. Dies ist zu erwarten, da die Kristallanisotropieenergie wie bei Si-Fe die Ausrichtung der spontanen Magnetisierung parallel zu den Würfelkanten bevorzugt.

Die hellen Bereiche auf der Vorderseite erscheinen auf der Rückseite dunkel und haben dort eine andere Breite, weil die Wände annähernd parallel zur (010)- und (001)-Ebene⁷³⁾⁷⁴⁾⁷⁵⁾, also 45° zur Probenoberfläche, verlaufen und dabei auch die Richtung wechseln können. Dadurch kann eine maximale Änderung der Balkenbreite von $\Delta B = 0.4$ mm, entsprechend der Probendicke von $d = 0.20$ mm auftreten. Im Gegensatz zu Si-Fe entstehen keine Zwickel- oder Lanzettbereiche⁷⁰⁾⁷⁶⁾. Statt dessen sind die Blockwände zum Teil leicht gebogen, um auf diese Weise Streufelder durch Inhomogenitäten des Kristalls und geringe Fehlorientierungen auszugleichen. Die Ursache für das unterschiedliche Verhalten ist die um den Faktor 50 kleinere Kristallanisotropiekonstante K_1 , die es ermöglicht, daß die Magnetisierung sich aus der [100]-Richtung leicht herausdrehen läßt. Da durch die Kristallanisotropieenergie auch die Wandenergie relativ zu Si-Fe verkleinert ist⁷³⁾, bildet sich eine Abschlußstruktur zur Minimalisierung von Streufeldern, die ein erheblich größeres Volumen einnimmt als bei Si-Fe.

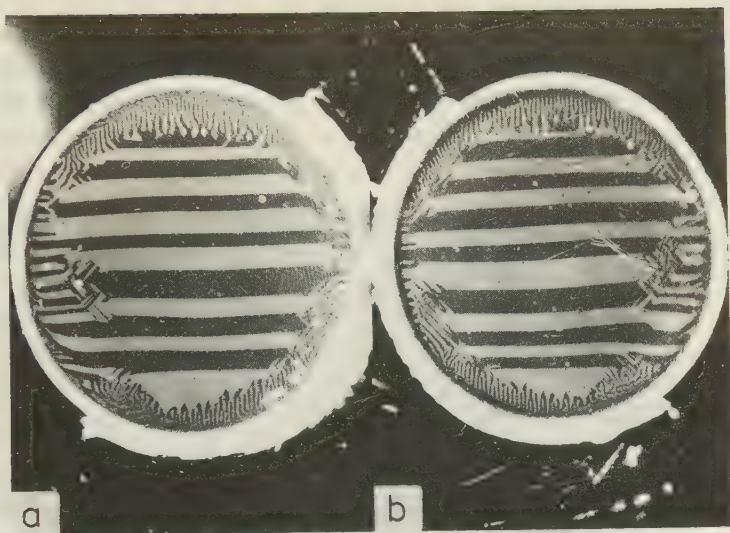


Abb. 7 Bereichsstruktur der Vorder- und Rückseite
einer 38,7 % Einkristallscheibe

Die Minimalisierung von Streufeldern führt zu einer Aufspaltung der Balken an deren Enden und zu einer säulenförmigen Struktur an den senkrecht zu den Balken liegenden Teilrändern der Scheibe. Im Gebiet der Abschlußstruktur treten Querbereiche mit der Magnetisierung parallel zur $[010]$ - und $[001]$ -Richtung sowie bevorzugt 90° -Wände auf, da diese eine kleinere Energie pro Flächeneinheit als die 180° -Wände haben⁷⁴⁾⁷⁵⁾.

2. 34.2 at.-% Ni-Rest Fe (35.3 wt.-%)

Eine 34.2 % Einkristallscheibe zeigt gegenüber der eben beschriebenen Probe auf der Vorder- und Rückseite eine vollkommen andere, aber

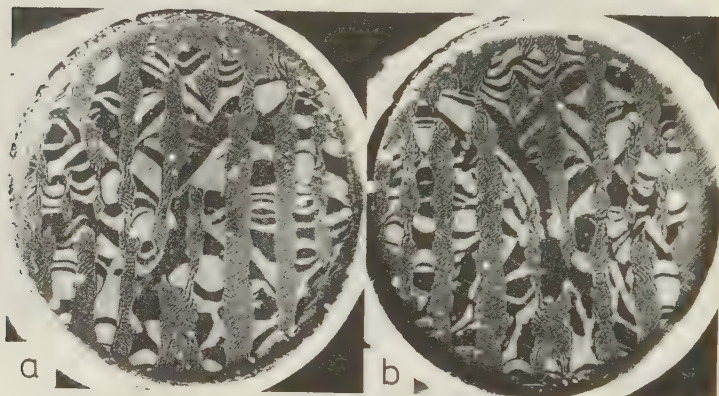


Abb. 8 Bereichsstruktur der Vorder- und Rückseite einer 34.2 % Einkristallscheibe

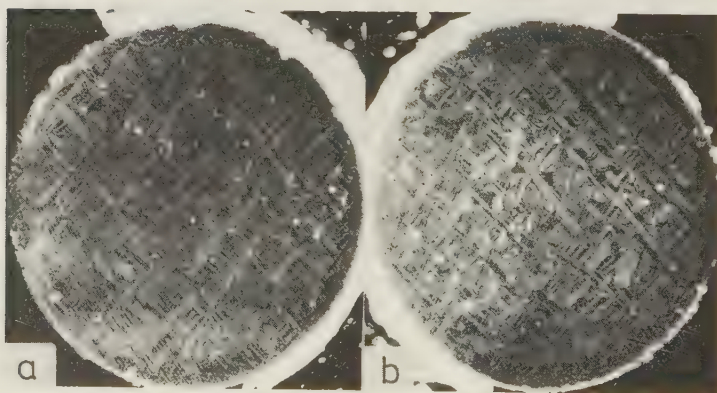


Abb. 9 Bereichsstruktur der Vorder- und Rückseite einer 31.6 % Einkristallscheibe

auch ferromagnetische, Bereichsstruktur (Abb. 8). Größere, zum Teil geschwungene Bezirke werden unterbrochen durch Gebiete mit lamellenförmigen Domänen. Die Lamellen-Gebiete, die durch die ganze Probe gehen, verlaufen annähernd parallel zur $[011]$ -Achse. Eine typische Abschlußstruktur ist wegen der kleinen Ausdehnung der Bereiche nicht vorhanden. Die Lamellen-Bereiche ähneln sehr den an Si-Fe beobachteten komplizierten Spannungsmustern, die bei großen elastischen Verspannungen auftreten (Spannungsmuster II.Art)⁷⁶⁾.

3. 31.6 at.-% Ni-Rest Fe (32.7 wt.-%)

Eine etwas regelmäßigere Bereichsstruktur zeigen Vorder- und Rückseite einer 31.6 % Scheibe (Abb. 9). Es treten schmale Domänen in annähernd zwei Hauptrichtungen auf. Daneben existieren auch Lamellengebiete, die aber kleiner in der Ausdehnung sind als bei der 34.2 % Scheibe. Die Bereichsstruktur hat Ähnlichkeiten mit dem Sägezahnmuster bzw. der "Band"-Struktur, die von Hubert⁷⁷⁾⁷⁸⁾ beim Anlegen von Magnetfeldern in von der $[100]$ -Achse abweichenden Richtungen auf (110) -Si-Fe-Oberflächen beobachtet und auch berechnet wurde.

4. 29 at.-% Ni-Rest Fe (30 wt.-%)

Der Unterschied zwischen der Bereichsstruktur der Vorder- und Rückseite einer 29.2 % Scheibe (Abb. 10 a,b) und derjenigen der Vorder- und Rückseite einer 29.0 % Scheibe (Abb. 10 c,d) ist im wesentlichen nicht auf die geringe Differenz in der Zusammensetzung, sondern hauptsächlich auf die um 10°C höhere Zimmertemperatur im zweiten Fall zurückzuführen. Da die Curietemperatur T_c mit ca. 50°C nur wenig oberhalb der Raumtemperatur liegt, wurde durch eine Temperaturerhöhung von 20°C auf 30°C die Bereichsstruktur vollkommen verändert. Die näheren Einzelheiten dieses Effektes werden in Abschnitt V (S. 74 f.) besprochen, wo auch ein Bereichsbild der 29.0 %-Probe bei 17°C gezeigt wird.

Die Einkristallscheibe mit 29.2 % zeigt auf der Vorderseite wie die 31.6 % Probe vorwiegend Bereiche in 2 Hauptrichtungen. Daneben treten wieder Lamellengebiete, auf der Rückseite mehr als auf der Vorderseite, auf. Die horizontal ausgerichteten ausgefranzten Fleckenbereiche stellen eine Vorstufe derjenigen der 29.0 % Scheibe dar.

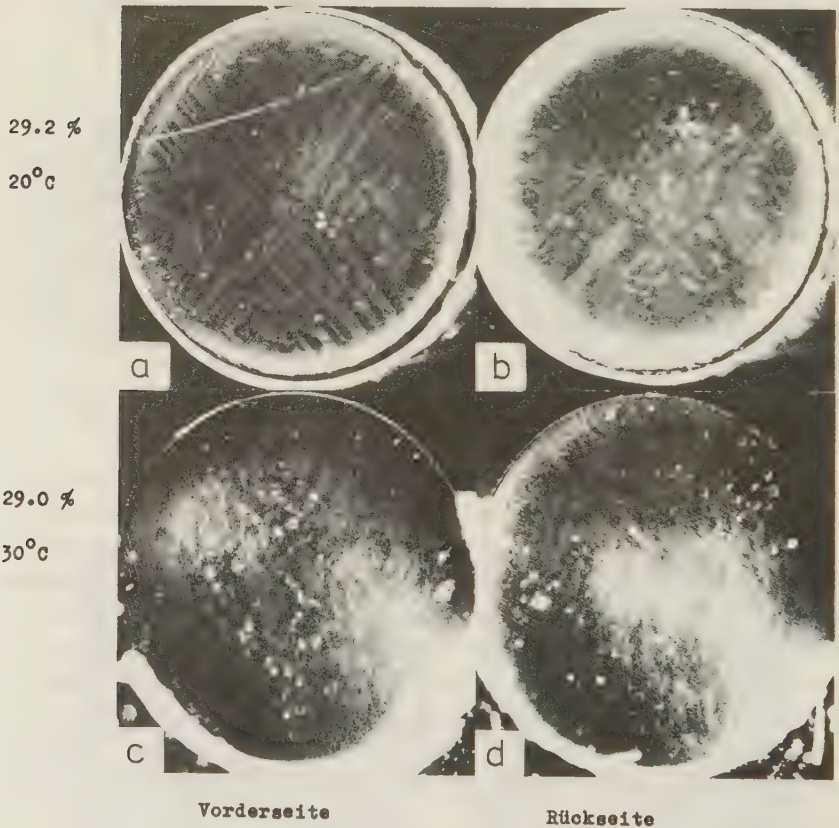


Abb. 10 Bereichsstruktur der Vorder- und Rückseite einer 29.2 % (a,b) und einer 29.0 % (c,d) Einkristallscheibe

B Diskussion der Bereichsstrukturen im Invargebiet

1. Allgemeine Überlegungen

Der markante Unterschied zwischen den einfachen Bereichsbildern der 38.7 % Einkristallscheibe und den übrigen Strukturen kann oberflächlich als Hinweis auf para- oder antiferromagnetische Gebiete in Invar gedeutet werden. Eine Beobachtung der einzelnen Proben bei Variation des äußeren Magnetfeldes ergab aber, daß zumindest auf der Oberfläche nur ferromagnetische Bereiche existieren. Es muß sich daher im Rahmen der Bereichstheorie eine Erklärung für die unterschiedliche Bereichsstruktur finden lassen. Dies ist gelungen unter Berücksichtigung der weiter unten gezeigten Tatsache, daß die Einkristallscheiben nicht homogen in der Zusammensetzung waren, und daß auftretende Konzentrationsgradienten zu elastischen Verspannungen führten, außer bei der Probe mit 38.7 %.

Nach der Theorie der ferromagnetischen Domänen von Kittel⁷³⁾ wird sich die Bereichsstruktur jeweils so ausbilden, daß die gemittelte Energiedichte U des gesamten Kristalls ein Minimum erreicht. Hubert⁷⁸⁾⁷⁹⁾ hat gezeigt, wie sich mit der zusätzlichen Forderung nach lokalem Gleichgewicht zwei Grundregeln ableiten lassen, die erheblich genauere Aussagen über die zu erwartende Bereichsstruktur erlauben.

Zur Energie der Bereichsstruktur tragen nach Kittel⁷³⁾ und Becker und Döring⁸⁰⁾ folgende Terme bei:

1. Die Kristallanisotropieenergie U_K , die eine Funktion der Richtung der spontanen Magnetisierung bezüglich der Kristallachsen ist.
2. Die Spannungsenergie U_π , die durch die elastische Verspannung und ebenfalls die Richtung der Magnetisierung bestimmt wird.
3. Die Wandenergie U_w , die proportional zur Wurzel aus der Austausch- und der Kristallanisotropieenergiekonstanten ist ($\sim \sqrt{I \cdot K_1}$).
4. Die Streufeldenergie U_{st} und
5. Die durch das äußere Magnetfeld gegebene magnetostatische Energie U_a .

Damit gilt für die Energiedichte U :

$$U = U_k + U_\pi + U_w + U_{st} + U_a$$

Hubert⁷⁹⁾ stellte fest, daß wegen der Größe der Streufeldenergie (für freie Magnetpole im CGS-System zahlenmäßig gleich dem Quadrat der spontanen Magnetisierung) und der Kristallanisotropieenergie, verglichen mit der Wandenergie, auch in Abschlußbereichen des Kristalls Streufelder und Auslenkungen der Magnetisierung aus einer leichten Richtung (LR) vermieden werden. Er stellte zwei Grundregeln auf:

1. Bereiche, die wesentlich größer als die Blochwanddicke sind, sind stets fast genau in einer (verallgemeinerten, unter Berücksichtigung von U_k , U_π und U_a) leichten Richtung magnetisiert.
2. Die Magnetisierung muß in Dimensionen wesentlich größer als die sogenannte Austauschlänge (im allgemeinen kleiner als die Blochwanddicke) streufeldfrei sein. Streufelder an den Oberflächen sind nur von der Größenordnung der äußeren Feldstärke.

Mit der Voraussetzung dieser Regeln und der Berücksichtigung der magnetostriktiven Eigenspannung konnte Hubert⁷⁸⁾ die Sägezahn- bzw. "Band"-Struktur von Si-Fe, bei der praktisch nur 90° -Wände auftreten, berechnen. Der Winkel der Bereiche zur $[100]$ -Achse wird im wesentlichen bestimmt durch die Energie der 90° -Wände und die magnetostriktive Energie der einzelnen Bereiche.

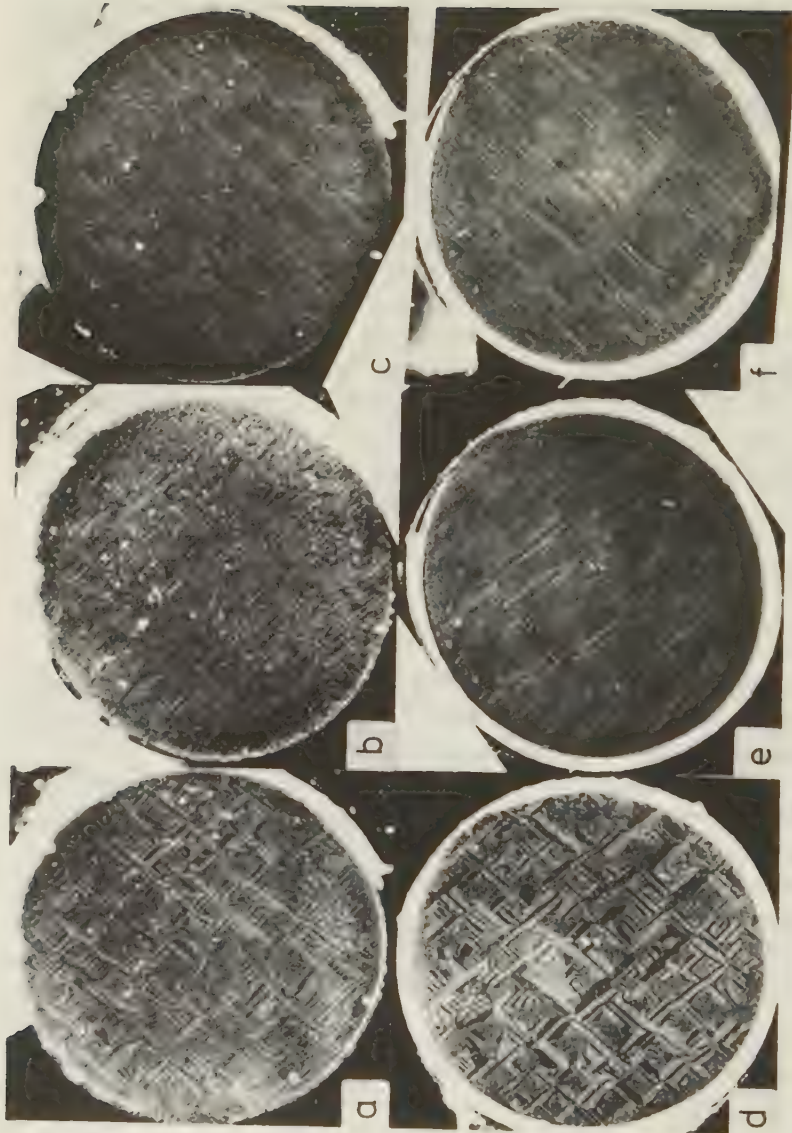
Diese Ergebnisse lassen sich zur Deutung der Bereichsstruktur der 31.6 % und der 29.2 % Einkristallscheiben heranziehen. Da lokale Spannungen in den Proben, deren Ursache noch besprochen wird, eine einfache Bereichsstruktur mit wenigen 180° -Wänden verhindern, ordnen sich die Bereiche so an, daß fast nur noch 90° -Wände auftreten, denn diese besitzen eine kleinere Energiedichte⁷⁴⁾⁷⁵⁾ und werden noch durch elastische Spannungen bevorzugt⁷⁴⁾. Die magnetostatische Energie, die zur Bildung der Sägezahn- bzw. "Band"-Struktur bei Si-Fe notwendig ist, wird in diesem Fall durch die magnetoelastische Energie ersetzt, die wegen der um zwei Zehnerpotenzen kleineren Kristallanisotropieenergie in unserem Fall nur sehr klein zu sein braucht.

Entsprechend den Ergebnissen von Hubert⁷³⁾ wird der Winkel der Bereiche zur [100]-Achse deutlich geändert, wenn eine zusätzliche magnetostriktive bzw. magnetoelastische Energie durch eine weitreichende Verspannung der Probe erzeugt, wie durchgeführte Versuche gezeigt haben. Da die Kristallanisotropieenergie nur klein ist, wird die LR aus der [100]-Achse herausgedreht.

Die obige Überlegung gibt auch eine Erklärung für die Bereichsstruktur der 34.2 % Einkristallscheibe, denn die Kristallanisotropiekonstante K_1 ist um den Faktor 2 größer als die der 31.6 % Probe. Daher reicht die bei dieser Probe sehr inhomogen verteilte elastische Energie nicht aus, um außerhalb der Lamellengebiete überall Bereiche in zwei Hauptrichtungen mit 90° -Wänden zu erzeugen. Es treten dafür gebogene 180° -Wände auf. In den säulenartigen Lamellen-Gebieten dieser Probe wie auch in den Lamellen-Gebieten der anderen Scheiben ist die elastische Verspannung so groß, daß sich lokale Spannungsmuster bilden, die den Spannungsmustern II. Art von Si-Fe ähneln⁷⁶⁾, die von Hubert⁷⁸⁾ berechnet wurden. Nach Hubert⁷⁸⁾ und eigenen Beobachtungen bilden sich Spannungsmuster I. und II. Art vorwiegend bei Kompressionsspannungen und schräge Bereiche vorwiegend bei Zugspannungen.

2. Abweichung der LR von [100]

Mit Hilfe des longitudinalen Kerr-Effektes läßt sich die Richtung der Magnetisierung (= LR nach Hubert⁷⁹⁾) in den einzelnen Bereichen bestimmen, da Bereiche, deren Magnetisierung senkrecht zur Einfallsebene liegt, keinen Kontrast für entgegengesetzte Magnetisierungen zeigen⁶⁵⁾. So ist es möglich, bei z.B. zwei unterschiedlichen leichten Richtungen LR_1 und LR_2 die Bereiche der LR_1 bei entsprechender Drehung der Probe auszulöschen und gleichzeitig die Bereiche der LR_2 zu erkennen. Dies wurde verwirklicht für die oben bereits gezeigte Probe mit 31.6 % Ni-Fe in der ersten Reihe von Abb. 11 und für eine andere Scheibe mit 31.5 % in der unteren Reihe.



alle Bereiche

Bereiche mit $M \parallel LR_2$

Bereiche mit $M \parallel LR_1$

Abb. 11 Wegen der Differenz zwischen den Richtungen der Magnetisierungen sind bei entsprechender Probenstellung nur ein Teil der Bereiche gleichzeitig sichtbar

Bis auf $\pm 2^\circ$ ergab sich so bei beiden Proben eine Abweichung der LR_1 von der $[100]$ -Achse um $\varphi = -21^\circ$ für die Bereiche, die im Winkel von ca. -50° zu $[100]$ verlaufen, und entsprechend für LR_2 eine Abweichung von $\varphi = +21^\circ$ für die Bereiche in ca. $+50^\circ$.

Die Bestimmung der LR der Scheibe mit 38.7 % ergab keine unterschiedlichen Richtungen für die spontane Magnetisierung. Die 34.2 % Einkristallscheibe zeigte dagegen Abweichungen der LR von der $[100]$ -Achse zwischen 0° und $\pm 13^\circ$. An den Proben mit 29.2 und 29.0 % konnte keine Auslenkung der spontanen Magnetisierung festgestellt werden. Der maximale Fehler betrug in diesem Fall wegen des schlechten Kontrastes ca. $\pm 10^\circ$.

3. Abhängigkeit der Bereichsstruktur vom Konzentrationsprofil

a) Erzeugung von Spannungen durch Konzentrationsgradienten

Beim Glühen der Einkristallscheiben während 5 h bei 1300°C im Wasserstoff werden mechanische Spannungen wegen der hohen thermischen Energie abgebaut, und auch während des Abkühlvorganges von 50°C/h wird oberhalb von 1000°C praktisch jede auftretende elastische Spannung ausgeglichen. Erst unterhalb ca. 800°C können neu auftretende Verspannungen nicht mehr thermisch abgebaut werden. Gebiete mit unterschiedlicher Konzentration werden, wenn sie unterschiedliche Temperatúrausdehnungskoeffizienten haben, sich unterschiedlich zusammenziehen und dadurch das Kristallgitter verspannen. Für den Spannungszustand bei 0°C z.B. ist dann der Unterschied des mittleren Temperatúrausdehnungskoeffizient $\bar{\alpha}_0$ zwischen 800°C und 0°C der verschiedenen Konzentrationen verantwortlich.

In Abb. 12 ist der mittlere Temperatúrausdehnungskoeffizient $\bar{\alpha}_0$ zusammen mit den von 800°C bis 100°C und 800°C bis 200°C gemittelten Koeffizienten $\bar{\alpha}_{100}$ und $\bar{\alpha}_{200}$ in Abhängigkeit von der Zusammensetzung dargestellt. Die Werte wurden ermittelt aus den von Tanji⁴⁾ angegebenen Meßdaten. Man erkennt, daß für ca. 39 % bei Temperaturen zwischen 0 und 100°C durch Konzentrationsvariationen von $\pm 0,5$ % nur minimale Verzerrungen auftreten werden. Bei Ni-Konzentrationen unter

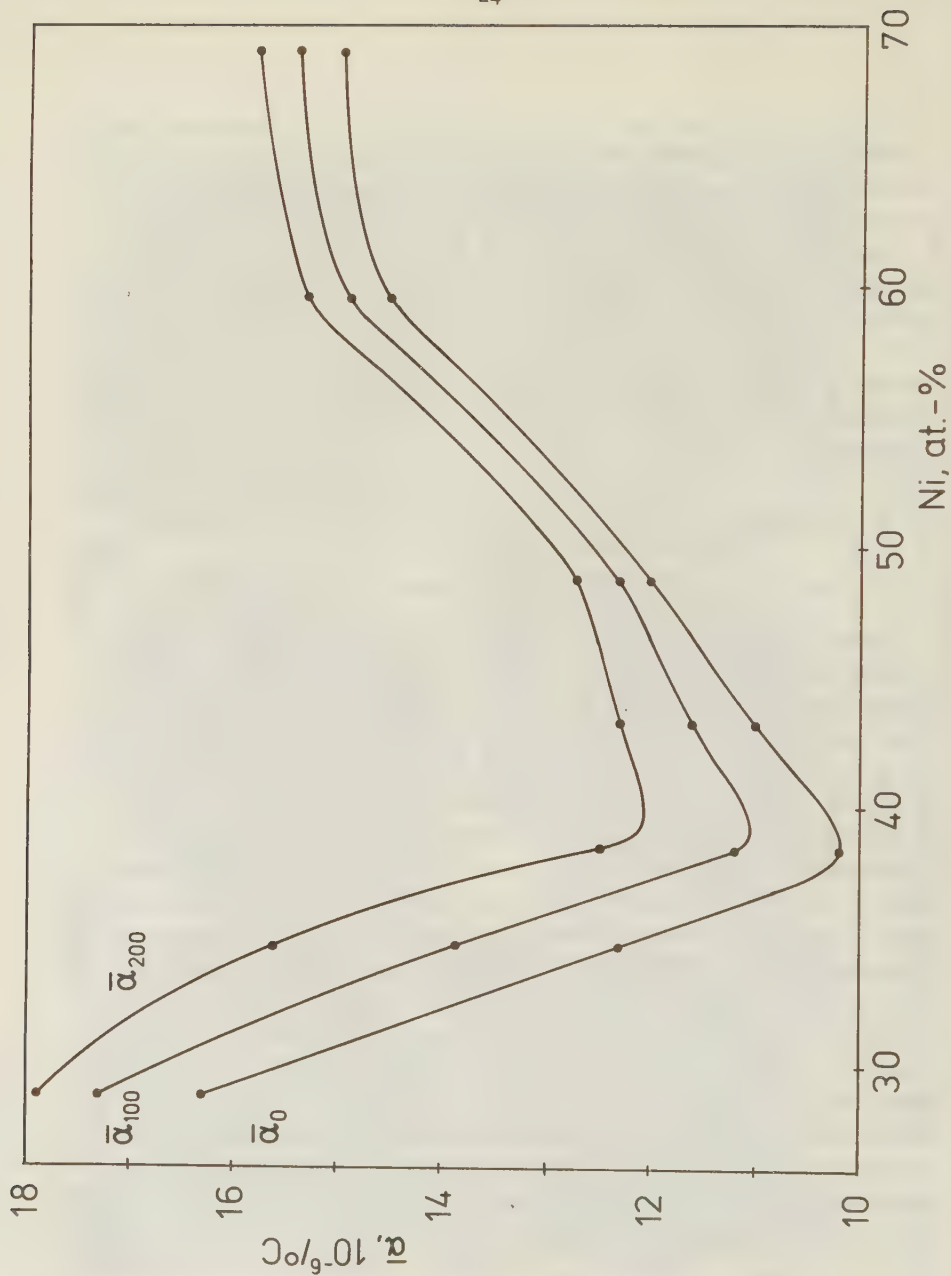


Abb. 12 Aus den Meßwerten von Tanji⁴⁾ gemittelte Temperaturexpansionskoeffizienten für die Temperaturbereiche 800 bis 0°C , 800 bis 100°C und 800 bis 200°C

37 % entstehen erhebliche Verzerrungen und wegen dem Hookschen Gesetz auch elastische Spannungen proportional zur Konzentrationsdifferenz. Außerdem zeigt die Darstellung, daß bei 200°C die 38.7 % Scheibe ebenfalls verspannt sein muß und die oben abgebildete einfache Bereichsstruktur nicht mehr vorhanden sein kann. Dies wurde auch beobachtet, wie in Abschnitt V (S. 69 f.) gezeigt werden wird.

b) Vergleich der Konzentrationsprofile mit der entsprechenden Bereichsstruktur

Abb. 13 zeigt die Bereichsstruktur einer 38.9 % Einkristallscheibe und das entlang der schwarzen Linie mit der Mikrosonde gemessene Konzentrationsprofil. Die Konzentrationsgradienten haben offenbar keinen wesentlichen Einfluß auf die Bereichsstruktur. Die Ni-Anreicherung am linken Rand wurde durch eine Glühung im Vakuum verursacht, während der die Flächen abgedeckt waren⁶⁷⁾.

Die 34.2 % Einkristallscheibe (Abb. 14) zeigt eine deutliche Abhängigkeit der Bereichsstruktur von dem Konzentrationsprofil, wie es nach den obigen Überlegungen zu erwarten war. In den Lamellengebieten treten steilere Konzentrationsgradienten und größere Konzentrationsschwankungen auf als in den übrigen Bereichen. Es zeigt sich sogar, daß die Lamellen bei geringeren Konzentrationsschwankungen fast senkrecht verlaufen, entsprechend dem Spannungsmuster I. Art⁷⁶⁾, das bei kleineren elastischen Verspannungen auftritt.

Eine andere ca. 34.2 % Einkristallscheibe (Probendicke $d = 1$ mm) hatte nach einer Glühung von 150 h bei 1300°C im Wasserstoff eine erheblich einfachere Bereichsstruktur und entsprechend auch weniger steile Konzentrationsgradienten (Abb. 15). In einer Übergangszone in der Mitte mit fleckenartigen Bereichen treten die größten Schwankungen auf. Rechts davon bleibt die mittlere Konzentration ca. 0.4 at.-% unter der Zusammensetzung der begrenzenden Gebiete, steigt aber gleichmäßig nach außen an. Links von der Übergangszone bleibt die Konzentration annähernd konstant, entsprechend treten große einheitliche Bereiche auf, die beim Absinken der Konzentration bei $x = 1$ mm kurz vor der Randzone, in fast senkrecht verlaufende Domänen übergehen, ähnlich denen im rechten Gebiet.

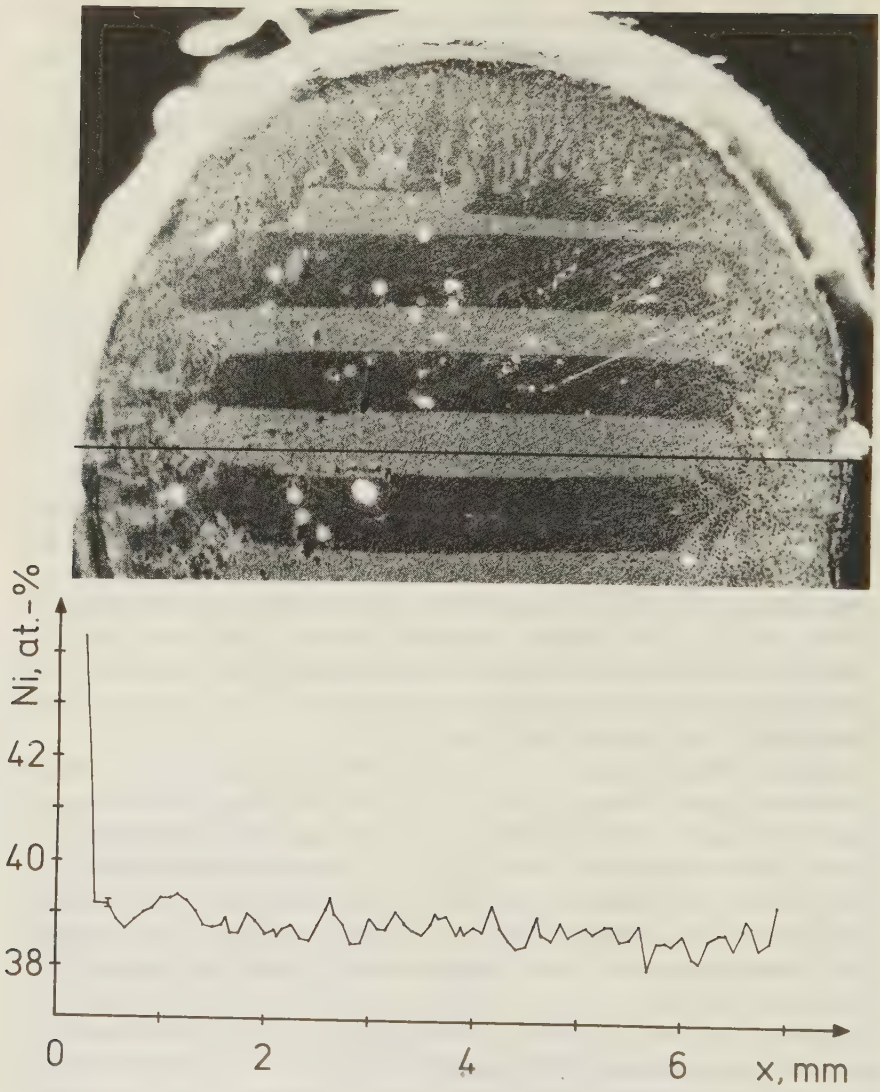


Abb. 13 Bereichsstruktur und Konzentrationsprofil einer 38.9 %
Scheibe

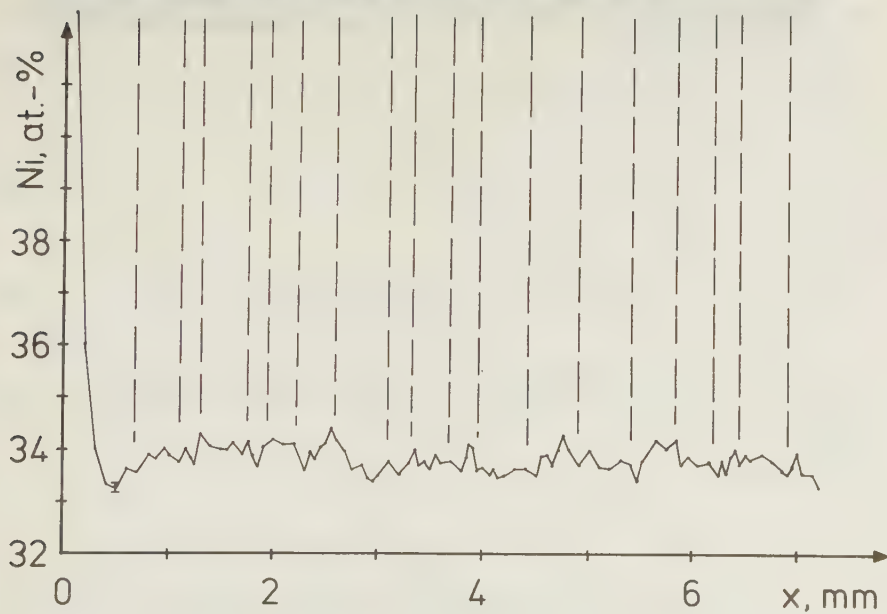


Abb. 14 Bereichsstruktur und Konzentrationsprofil einer 34.2 %
Scheibe

Die Bestimmung der Richtung der spontanen Magnetisierung mit Hilfe des longitudinalen Kerr-Effektes ergab, daß die LR der auf der rechten Seite in ca. $- 80^\circ$ zur [100]-Achse verlaufenden Bereiche um $\varphi = - 15^\circ$ von [100] abweicht, während sich die LR der in ca. $+ 50^\circ$ verlaufenden Domänen um $\varphi = + 10^\circ$ von [100] unterscheidet.

- c) Berechnung der Abweichung der LR von [100] für eine bestimmte Probe

Die Auslenkung der spontanen Magnetisierung aus der [100]-Richtung wird durch die örtliche elastische Verspannung der Einkristalle erzeugt. Die folgende Rechnung zeigt, daß mit naheliegenden Annahmen eine quantitative Übereinstimmung zwischen dem experimentell und dem theoretisch über die Abhängigkeit der Energiedichte von der Richtung der spontanen Magnetisierung gefundenen Auslenkwinkel φ erzielt wird. Als Beispiel dient das rechte Gebiet der in Abb. 15 geseigten Einkristallscheibe mit ca. 34.2 %, das eine um 0.4 % kleiner Ni-Konzentration hat als die Randzone, und bei dem der Auslenkwinkel $\varphi = - 15^\circ$ beträgt.

Für die Energiedichte eines ferromagnetischen Kristalls gilt in 1. Näherung, wenn die Terme weggelassen werden, die nicht von der Richtung der spontanen Magnetisierung abhängen⁷³⁾⁸⁰⁾:

$$\begin{aligned}
 U = & K_1 (\alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2 + \alpha_1^2 \alpha_2^2) \\
 & - \frac{3}{2} \lambda_{100} (\pi_{11} \alpha_1^2 + \pi_{22} \alpha_2^2 + \pi_{33} \alpha_3^2) \\
 & - \frac{3}{2} \lambda_{111} (2 \pi_{23} \alpha_2 \alpha_3 + 2 \pi_{31} \alpha_3 \alpha_1 + 2 \pi_{12} \alpha_1 \alpha_2)
 \end{aligned}$$

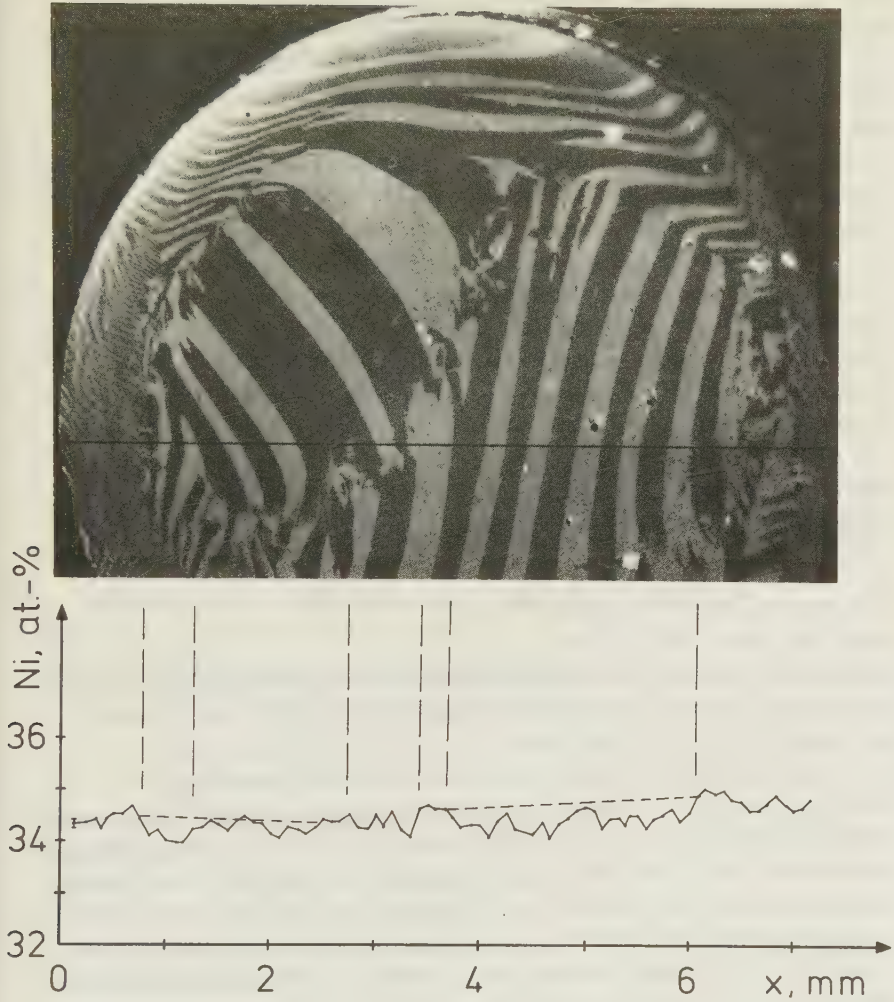


Abb. 15 Bereichsstruktur und Konzentrationsprofil einer ca. 34.2 % Scheibe nach einer Glühung von 150 h bei 1300°C im Wasserstoff

Hier sind α_i die Richtungskosinusse der spontanen Magnetisierung, $K_1 = 5.7 \cdot 10^3 \text{ erg/cm}^3$ für 34.2 % (nach eigener Messung, siehe S. 44 f.) die Kristallanisotropiekonstante, $\lambda_{100} = 5 \cdot 10^{-6}$ und $\lambda_{111} = 18 \cdot 10^{-6}$ für 34.2 % die Magnetostruktionskonstanten nach Bozorth und Walker⁸¹⁾ und π_{ij} die Spannungskomponenten.

Das Koordinatensystem soll wie in einer früheren Arbeit⁶⁷⁾ so orientiert sein, daß die [100]- (x-Achse) und die [011]-Achse (Winkelhalbierende zwischen y- und z-Achse) in der Probenoberfläche liegen.

Die gemessene Konzentrationsdifferenz beträgt $\Delta c = 0.4 \%$ und entspricht wegen der linearen Abhängigkeit des mittleren Ausdehnungskoeffizienten $\bar{\alpha}_0$ von der Konzentration nach Abb. 12 einer Kontraktion des betreffenden Gebietes gegenüber der Randzone von $(\Delta l/l)_{0.4} = -2.24 \cdot 10^{-4}$.

Als erstes wird nun angenommen, daß die Randzonen die angegebene Kontraktion verhindern, indem sie das innere Gebiet dilatieren, wobei sie selbst deformiert werden. Da die Dilatation in das Innere des betreffenden Gebietes hin abnimmt, ist es sinnvoll, eine mittlere Gitterverzerrung in der Scheibenebene von

$$\Delta r/r = -\frac{1}{4} \left(\frac{\Delta l}{l} \right)_{0.4} = +5.6 \cdot 10^{-5}$$

anzunehmen. Senkrecht zur Scheibenebene treten praktisch keine Gitterverzerrungen auf, da sich die Spannungen durch Erhöhen oder Absenken der Oberfläche ausgleichen können.

Die zweite Annahme besteht darin, zu der rotationssymmetrischen Dilatation, die dem in der bereits erwähnten früheren Arbeit⁶⁷⁾ behandelten Fall entspricht, noch eine Anisotropie der Dilatation bzw. Kompression durch eine zusätzliche Scherkomponente hinzuzufügen. Dies dürfte dem Realfall gut entsprechen, da im allgemeinen die Verzerrungen nicht rotationssymmetrisch sind. Die rotationssymmetrische Dehnung des Gitters um $5.6 \cdot 10^{-5}$ führt zu einer Verkleinerung des Winkels zwischen der [010]- und der [001]-Achse, was nach Voigt⁸²⁾ in der Schreibweise von Kittel⁸³⁾ einer Verzerrungskomponenten von

$$e_{yz} = 7.92 \cdot 10^{-5}$$

entspricht⁶⁷⁾. Durch die zusätzlich angenommene Scherung soll auch der

Winkel zwischen der [100]- und der [011]-Achse verkleinert bzw. vergrößert werden. Die sich ergebenden Verzerrungskomponenten $e_{zx} = e_{xy}$ sollen nach der Annahme im Betrag nur halb so groß sein wie e_{yz} :

$$e_{zx} = e_{xy} = \pm \frac{1}{2} e_{yz} = \pm 3.96 \cdot 10^{-5}$$

Für die übrigen Verzerrungskomponenten gilt in erster Näherung⁶⁷⁾:

$$\frac{\Delta r}{r} = e_{xx} = 5.6 \cdot 10^{-5}, \quad e_{yy} = e_{zz} = 0.$$

Damit erhält man die Spannungskomponenten mit den Elastizitätsmoduln für 34.2 % nach Hausch und Warlimont²⁴⁾:

$$\pi_{11} = c_{11} e_{xx} = 7.62 \cdot 10^7 \text{ dyn/cm}^2$$

$$\pi_{22} = \pi_{33} = c_{12} e_{xx} = 5.1 \cdot 10^7 \text{ dyn/cm}^2$$

$$\pi_{23} = c_{44} e_{yz} = 8.25 \cdot 10^7 \text{ dyn/cm}^2, \quad \pi_{31} = \pi_{12} = \pm 4.13 \cdot 10^7 \frac{\text{dyn}}{\text{cm}^2}$$

Die Energiedichte läßt sich mit der Bedingung, daß sich die spontane Magnetisierung immer in die (011)-Ebene einstellt, was wegen der Streufeldenergie zwar nicht unbedingt im Volumen aber immer an der Oberfläche erfüllt ist⁸⁰⁾, erheblich vereinfachen. Es gilt:

$$\alpha_2 = \alpha_3 \text{ und damit: } \alpha_1^2 = 1 - 2\alpha_2^2 \text{ und } 1 - \alpha_1^2 = \sin^2 \varphi = 2\alpha_2^2$$

wobei φ der Winkel der spontanen Magnetisierung zur [100]-Achse ist. Daher wird:

$$\begin{aligned} U &= K_1 (-4\alpha_2^4 + 3\alpha_2^2) \\ &\quad - 3(\lambda_{100}((\pi_{22} - \pi_{11})\alpha_2^2 + \frac{1}{2}\pi_{11}) - \lambda_{111}\pi_{23}\alpha_2^2) \\ &\quad - 3\lambda_{111}(\pi_{31} + \pi_{12})\alpha_2 \cdot \sqrt{1 - 2\alpha_2^2} \\ &= U_K + U_{\pi D} + U_{\pi S} \end{aligned}$$

Der Energieterm $U_{\pi D}$ wird durch die rotationssymmetrische Dilatation verursacht und ist symmetrisch zu $\varphi = 0$, während der Term $U_{\pi S}$, der

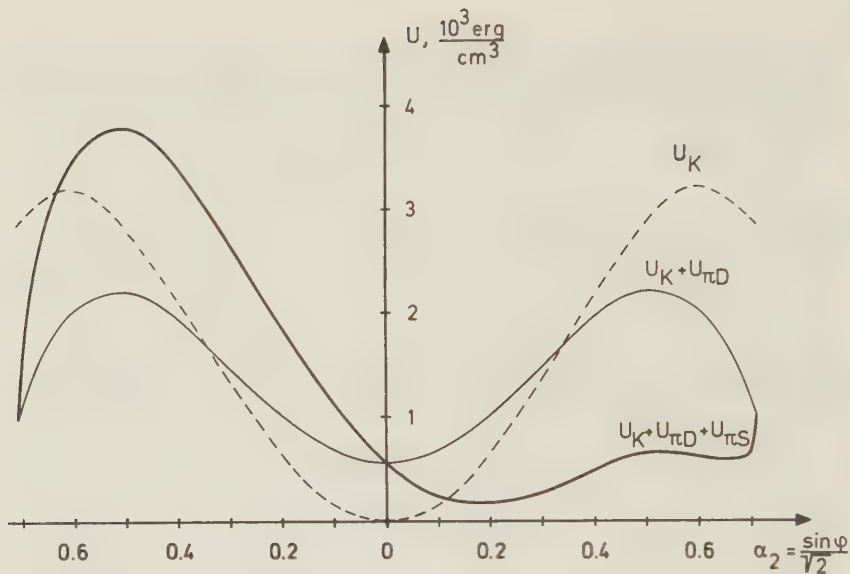


Abb. 16 Berechnete Energiedichten für eine 34.2 % Einkristallscheibe bei unterschiedlicher Verspannung

durch die zusätzliche Scherung auftritt, sein Vorzeichen mit φ wechselt. In Abb. 16 sind die berechneten Energiedichten für 34.2 % in Abhängigkeit von $\alpha_2 = \frac{\sin \varphi}{\sqrt{2}}$ gezeichnet. U_K ist die Kristallanisotropieenergie, $U_K + U_{\pi D}$ die Energie bei rotationssymmetrischer Dilatation und $U_K + U_{\pi D} + U_{\pi S}$ die Energie für die gesamte Verspannung mit zusätzlicher Scherung nach obigen Annahmen.

Die Gesamtenergiedichte U hat ein Minimum bei $\alpha_2 = 0.18$. Dieser Wert entspricht gerade $\varphi = +15^\circ$. Wenn man annimmt, daß die Verzerrungskomponenten $e_{zx} = e_{xy}$ ein negatives Vorzeichen haben, das genauso wahrscheinlich ist wie das positive, so erhält man eine Energiedichtekurve, die mit der an der Ordinate gespiegelten U -Kurve in Abb. 16 identisch ist. Damit ergibt sich als Abweichung der spontanen Magnetisierung von der [100]-Richtung der experimentell gefundene Wert von $\varphi = -15^\circ$.

d) Einwirkung von Verunreinigung aus Si und Al

Die in Abb. 15 gezeigte Einkristallscheibe wurde später bei ca. 1350°C 200 h lang im Wasserstoff geglüht. Bei dieser gegenüber der frühe-

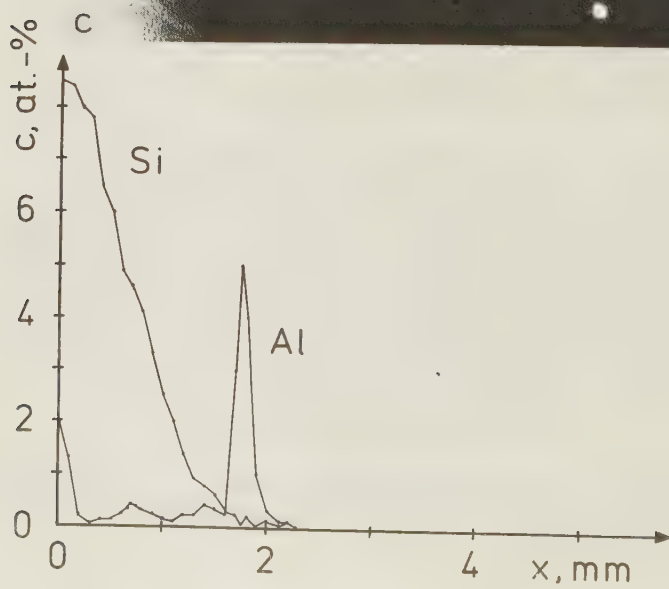
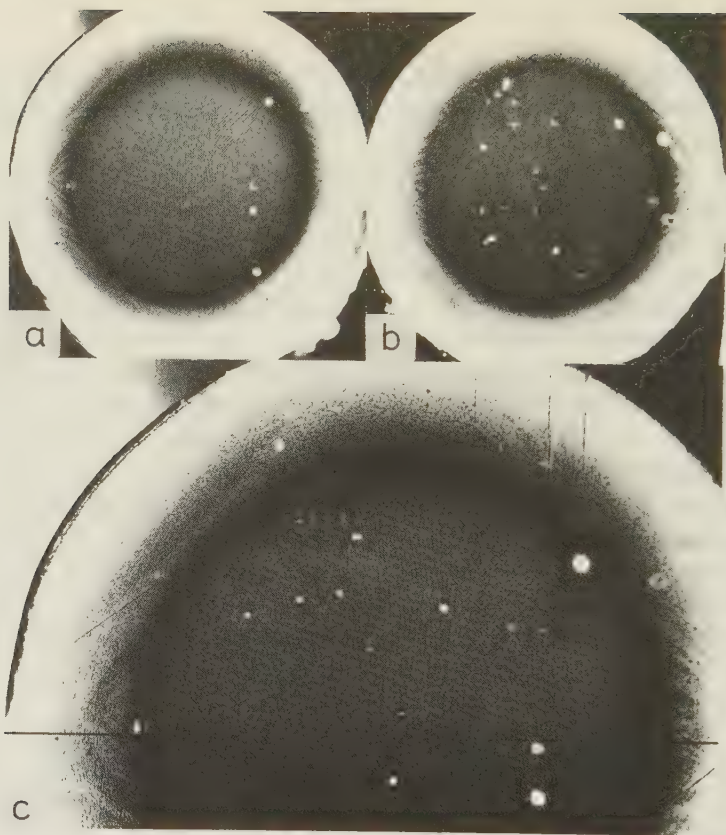
ren Glühung um ca. 50°C höher liegenden Temperatur treten die auf Seite 6 erwähnten Suboxide von Al und besonders von Si in hoher Konzentration auf.

Die Suboxide von Si setzten sich hauptsächlich am Rand ab, da die Oberflächen abgedeckt waren. Dort zerfielen sie wahrscheinlich in SiO_2 und Si, das vom Rand weit in die Probe hineindiffundierte, jedenfalls konnte mit der Mikrosonde (Abb. 17) Si in einer Konzentration von ca. 8 % am Rand und abnehmend bis zu $x = 2$ mm festgestellt werden. Der Fehler der angegebenen Si-Konzentration kann bis zu $\Delta c/c = 20$ % betragen, da die Eichprobe mit bekanntem Si-Gehalt nicht aus Ni-Fe bestand. Eine Silizierung von Ni beim Glühen in Wasserstoff bei Anwesenheit von SiO_2 wurde schon von Köster und Raffelsieper⁶⁸⁾ sowie von Bauer⁸⁴⁾ gefunden.

Die Ni-Fe-Scheibe war nach der Glühung in der Randzone von 2 mm Breite mit der Grund- und der Deckplatte aus Al_2O_3 stellenweise fest zusammengesintert. Wahrscheinlich wurde der Sintervorgang durch die Silizierung der Randzone begünstigt. Al konnte daher nicht nur vom Rand, sondern auch direkt von der Deckplatte her in die Ni-Fe-Probe eindiffundieren, was zu dem Maximum von 5 at.-% Al in Abb. 17 unten führte.

Da Al_2O_3 erheblich schwerer zu Suboxiden reduziert wird als SiO_2 , beträgt die Al-Konzentration am Rand nur ca. 2 at.-%.

Die Bereichsbilder der Vorder- und der Rückseite (Abb. 17 a,b) und die vergrößerte Aufnahme der Vorderseite (17 c) der betreffenden ca. 34.2 % Scheibe zeigt, daß die Al-Anreicherung keinen wesentlichen Einfluß auf die Bereichsstruktur hat, im Gegensatz zu Si. Die Mitte der Scheibe, die im abgebildeten Zustand nur noch eine Dicke von 0.22 mm hatte, läßt ein annähernd einheitliches Spannungsmuster I. Art⁷⁶⁾ mit senkrecht verlaufenden Lamellen erkennen, entsprechend einer geringen homogenen Kompressionsspannung⁷⁸⁾. Die Randzone, die wegen der ZnS-Interferenzschicht gut an ihrem geänderten Reflexionsvermögen zu erkennen ist (bereits 0.5 at.-% Si führen zu einer deutlichen Änderung), hat eine größere Bereichsstruktur mit schräg verlaufenden Domänen, die die mittlere Zone in der Form einer Raute umschließen. Bei einer Bestimmung der LR wurde keine Abweichung von der [100]-Achse gefunden. Es treten im Randgebiet offenbar bevorzugt 90°-Wände auf, was nach den Überlegungen in III B 1 (S. 19) bei kleinen elastischen Spannungen zu erwarten ist.



Die Kompressionsspannung in der Mitte wird durch die Randzone erzeugt, die sich beim Abkühlen stärker zusammenzieht, da das Si die minimalen Ausdehnungskoeffizienten der Invarlegierungen sehr wahrscheinlich erhöht.

Das gezeigte Verhalten konnte auch an anderen Ni-Fe-Einkristallscheiben beobachtet werden, allerdings in erheblich geringerem Maße, da eine starke Anreicherung von Si im Randgebiet, erkennbar am geänderten Reflexionsvermögen, meist vermieden wurde.

4. Veränderung der Bereichsstruktur durch Homogenisierung

a) Abschätzung der Diffusionsbedingungen

Die Mikrosondenprofile und die Bereichsstrukturen in Abb. 14 und 15 zeigen, daß es genügt, Konzentrationsschwankungen innerhalb von $\Delta x = 0.2$ mm auszugleichen, um eine deutliche Vereinfachung der Bereichsstruktur zu erhalten. Nach Heumann und Kottmann⁸⁵⁾ hat die Diffusionskonstante bei 1310°C für 34 % einen Wert von:

$$D \approx 7 \cdot 10^{-10} \text{ cm}^2/\text{sec}$$

Eine einfache Abschätzung der Diffusionszeit bei ca. 1300°C liefert dann mit $\Delta x = 0.2$ mm:

$$t = \Delta x^2 / D = 159 \text{ h}$$

Es wurde daher zur Glättung der Konzentrationsgradienten in der Regel 200 h bei 1300°C im Wasserstoff geglüht.

Dieses Vorgehen entspricht der Homogenisierung die Hausch und Warlimont⁶²⁾ durchführten, um wohldefinierte Ultraschallechos zur Messung der elastischen Konstanten zu erhalten. Davor gemessene Mikrosondenprofile ergaben bei diesen Autoren Entmischungen auf einer Länge von ebenfalls 0.1 bis 0.2 mm mit einem maximalen Konzentrationsunterschied von sogar 5 %⁶²⁾.

Abb. 17 Bereichsstruktur der Vorder- (a,c) und der Rückseite (b) und Mikrosondenprofil einer stark mit Si und Al verunreinigten ca. 34.2 % Einkristallscheibe.

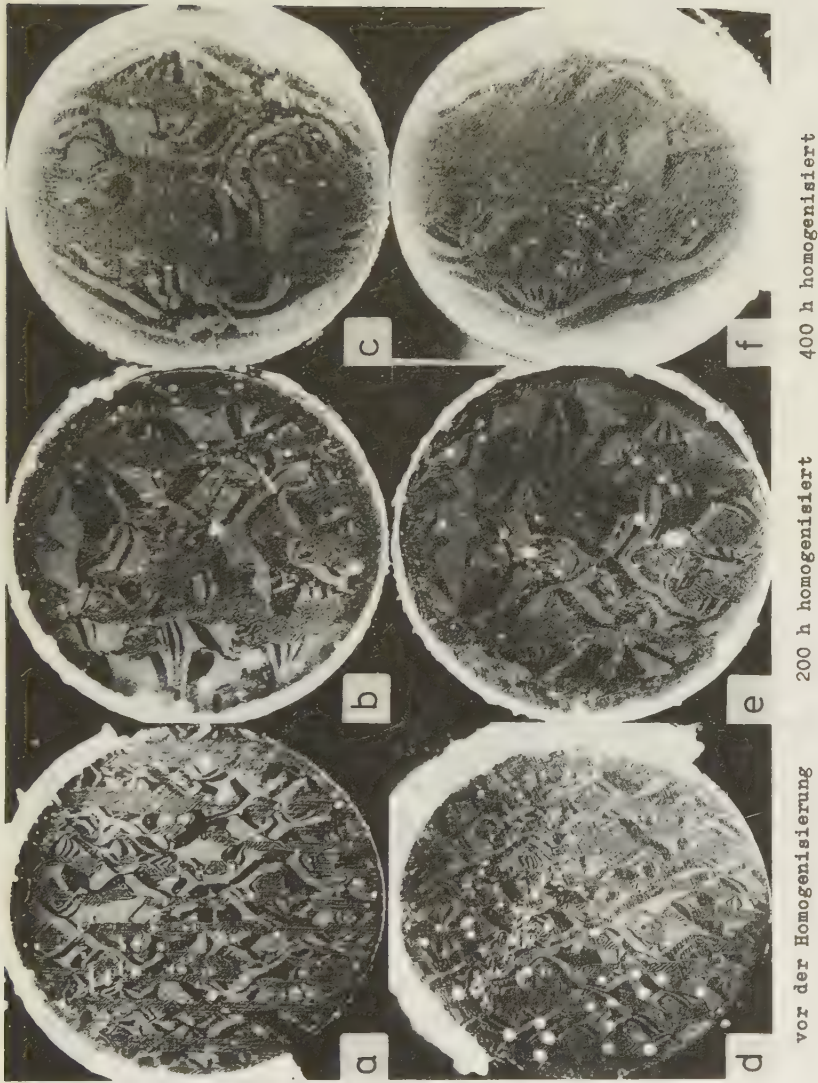
b) Experimentell durch Homogenisierung erzielte Bereichsstrukturen

Die in Abb. 15 gezeigte ca. 34.2 % Scheibe hatte vor der Glühung von 150 h bei ca. 1300°C im Wasserstoff die Bereichsstruktur der Abb. 18a und danach die von Abb. 18b. Durch die Homogenisierung schrumpfte das Lamellengebiet in der Mitte der Probe ganz zusammen.



Abb. 18 Bereichsstruktur einer ca. 34.2 % Scheibe vor (a) und nach der Homogenisierung (b)

Eine andere Einkristallscheibe mit 34.1 %, die vor der ersten langen Glühung offenbar besonders große Konzentrationsschwankungen zeigte, erkennbar an der wirren Bereichsstruktur (Abb. 19 a,d), wurde zweimal 200 h lang bei ca. 1300°C homogenisiert. Abb. 19 zeigt in der ersten Reihe die Vorderseite und in der zweiten Reihe die Rückseite dieser Probe vor (19 a,d), nach der ersten (19 b,e) und nach der zweiten (19 c,f) langen Glühung. Die Bereiche haben sich durch die Homogenisierung vergrößert, wobei eine geringe Anreicherung von Si vorwiegend am Rand bei der zweiten langen Glühung die betreffende Bereichsstruktur mitbestimmt. Die Zahl der Lamellengebiete ging durch deren Verschwinden und Zusammenlaufen deutlich zurück. Die Lamellenstruktur selbst näherte sich dabei

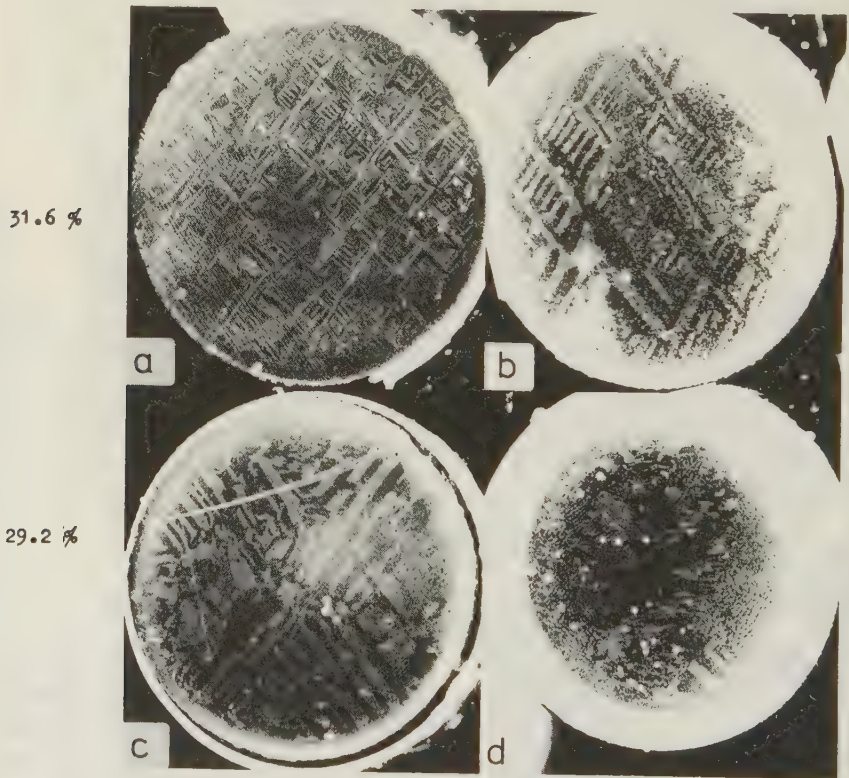


Vorderseite

Rückseite

Abb. 19 Bereichsbilder der Vorder- und der Rückseite einer 34.1 % Scheibe vor, nach der ersten und nach der zweiten Homogenisierung

soweit erkennbar dem Spannungsmuster I. Art mit vorwiegend senkrecht verlaufenden Bereichen, das bereits durch geringe homogene Druckspannungen erzeugt wird. Die Abweichung der LR von der [100]-Achse verminderte sich von $\varphi = \pm 22^\circ$ über $\pm 10^\circ$ bis auf $\varphi = 0^\circ$.



vor der Homogenisierung

nach der Homogenisierung

Abb. 20 Bereichsstruktur einer 31.6 (a,b) und einer 29.2 % Scheibe (c,d) vor und nach der Homogenisierung

Die früher schon gezeigte Einkristallscheibe mit 31.6 % konnte bereits durch eine einzige Glühung von 200 h bei 1300°C im Wasserstoff deutlich homogenisiert werden (Abb. 20 a,b). Die neue Bereichsstruktur weist größere Domänen mit noch regelmäßigerer Anordnung auf, wobei die Hauptrichtungen der Bereiche sich nicht wesentlich änderten. Die Lamellengebiete sind bis auf wenige Überreste, die Spannungsmuster I. Art zeigen, verschwunden. Die Abweichung der LR von der [100]-Achse, die vor der Glühung $\pm 21^\circ$ betrug, war danach verschwunden ($\varphi \approx 0^\circ$).

Von einer Vereinfachung der Bereichsstruktur durch die Homogenisierung kann bei der Änderung der Domänen der 29.2 % Scheibe dagegen nicht gesprochen werden (Abb. 20 c,d). Die bei der langen Glühung aufgetretene Verunreinigung des Randes mit Si stört die Bereichsstruktur der homogenisierten Probe erheblich.

c) Diskussion der magnetischen Eigenschaften homogenisierter Proben

Mit der durchgeführten Homogenisierung ist es nicht gelungen, die einfache Bereichsstruktur der in Abb. 7 (S. 15) gezeigten 38.7 % Probe einzustellen, da noch geringe Restspannungen zurückbleiben, die zu einer stärkeren Bevorzugung der 90° -Wände führen⁷⁴⁾. Die Bereichsstruktur wurde jedoch deutlich vereinfacht und die spontane Magnetisierung richtete sich parallel zur [100]-Achse aus. Damit war eine wesentliche Voraussetzung für die ideale Volumenmagnetisierungskurve eines Kristalls mit positiver Kristallanisotropieenergie erfüllt: Es existieren nur Bereiche mit spontaner Magnetisierung parallel zu den Würfelkanten⁸⁶⁾. Die durchgeführte Schlußfolgerung vom Verhalten der Magnetisierung an der Oberfläche auf das derjenigen des Volumens ist in diesem Fall möglich, da Auslenkungen der LR an der Oberfläche leichter auftreten als im Volumen⁷⁹⁾.

Entsprechend der obigen Erkenntnis wurden nur die an homogenisierten Einkristallscheiben gemessenen Werte der spontanen Magnetisierung $M(0,T)$, der Kristallanisotropiekonstanten K_1 , der Curietemperatur T_c und des Magnetfeldes am Kern B_n als charakteristisch für die jeweilige mittlere Zusammensetzung festgestellt.

IV VOLUMENMAGNETISIERUNGSKURVEN BEI TEMPERATUREN BIS T_c UND BESTIMMUNG VON $M(0,T)$ UND K_1

1. Einführung

Die Volumenmagnetisierungskurven der Einkristallscheiben bei Temperaturen bis T_c ergaben folgende Informationen:

1. die spontane Magnetisierung $M(0,T)$ (durch Extrapolation nach $H = 0$) in Abhängigkeit von der Temperatur und damit auch T_c ,
2. durch Vergleich der Magnetisierungskurven in $[100]$ und $[011]$ die Kristallanisotropiekonstante K_1 und
3. ein Kriterium zur Beurteilung der in V (S. 53 ff.) gezeigten Kerr-Magnetisierungskurven und der Bereichsstruktur der Oberflächen.

Die Variation der spontanen Magnetisierung mit der Temperatur $M(0,T)$ konnte auf ca. 1 % genau durch Extrapolation ermittelt werden, doch bei der Umrechnung in Gauß mit Hilfe des Eichwertes für 38.7 % nach Hegg⁸⁷⁾ ergaben sich durch die Fehler der geometrischen Größen eine Unsicherheit des Absolutwertes von ca. 3 %.

Im Rahmen der Meßgenauigkeit blieben die Volumenmagnetisierungskurven hysteresefrei. Die Koerzitivkraft H_c war in allen Fällen ≤ 10 Oe. Der Verlauf der Kurven der homogenisierten Einkristallscheiben entsprach, bis auf eine Abweichung kurz vor dem Übergang in die Sättigung, dem für ideale Kristalle⁸⁶⁾. Gegenüber dem geometrischen Entmagnetisierungsfaktor für flache Ellipsoide nach Bozorth und Chapin⁸⁸⁾ ergab sich experimentell jeweils ein Wert, der nur um ca. 15 bis 20 % höher lag.

Die Kristallenergiekonstante K_1 erhält man nach der in III B 3. c) (S. 28) angegebenen Energiedichte U aus der Differenz der zur Sättigung der Scheibe in $[100]$ und $[011]$ notwendigen Energiedichten wie folgt⁸⁷⁾:

$$K_1 = 4 \cdot (U_{011} - U_{100})$$

Die Energiedifferenz ist dabei nach Bozorth⁸⁶⁾ für ideale Kristalle die Fläche zwischen der Entmagnetisierungsgeraden $M = H_a \cdot (1/N)$, der Magnetisierungskurve für ein äußeres Feld H_a parallel zu $[011]$ und der Geraden $M = M_s$.

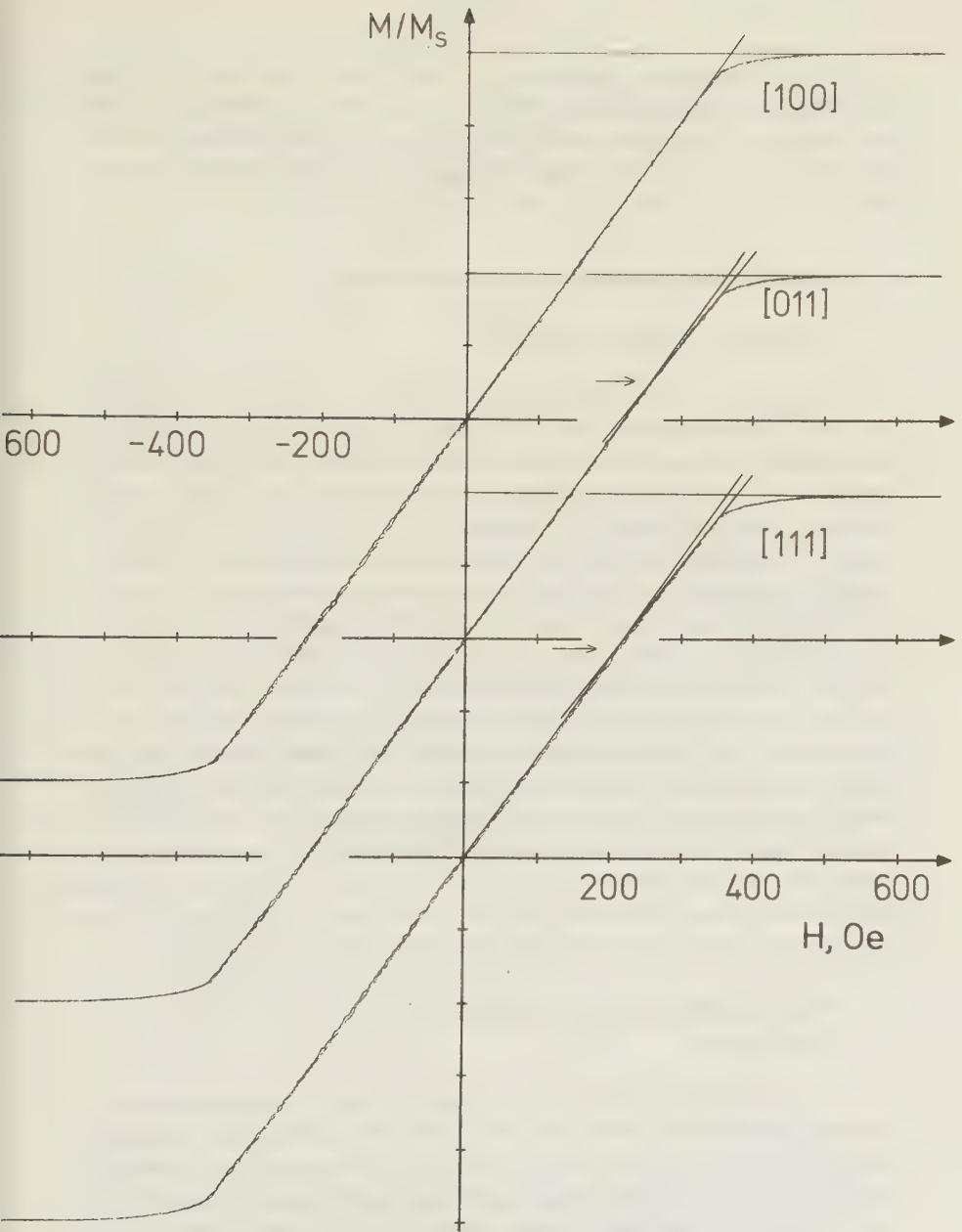


Abb. 21 Magnetisierungskurven einer (011)-Scheibe mit 38.7 %, einem Durchmesser von 7.54 mm und einer Dicke von 0.200 mm; die Kurven sind in der Darstellung um $M/M_s = 0.6$ gegeneinander verschoben.

Die Magnetisierung erreicht im idealen Kristall bereits bei einem verschwindend kleinen inneren Feld $H_1 = H_g - N \cdot M \approx 0$ für $H_1 \parallel [100]$ den Wert $M = M_g$ und entsprechend der Projektion der Würfelkanten auf die $[011]$ - bzw. $[111]$ -Richtung den Wert $M = (1/\sqrt{2})M_g$ für $H_1 \parallel [011]$ bzw. $M = (1/\sqrt{3})M_g$ für $H_1 \parallel [111]$.

2. Magnetisierungskurven bei Zimmertemperatur

a) Meßkurven und Ermittlung von K_1

Als Beispiel sind die Magnetisierungskurven einer 38.7 % Scheibe in Abb. 21 wiedergegeben. Für $H \parallel [100]$ verläuft die Magnetisierung wie erwartet entlang der Entmagnetisierungsgeraden und weicht erst bei $M/M_g \approx 0.95$ vom idealen Verlauf ab. Entsprechend dem Verhalten von idealen Kristallen knickt die Meßkurve für $H \parallel [011]$ und $H \parallel [111]$ bei $(1/\sqrt{2})M_g$ und $(1/\sqrt{3})M_g$ von der Geraden ab. Der weitere Verlauf kann in beiden Fällen grob durch eine Gerade angenähert werden, bis auf die Abweichung beim Übergang in die Sättigung bei $M/M_g \approx 0.95$.

Die Meßkurven zeigen, daß der Übergang in die Sättigung bei $M/M_g \approx 0.95$ unabhängig von der Richtung des Magnetfeldes ist. Daher ist die Fläche des durch die Näherungs- und die Entmagnetisierungsgerade sowie die Sättigungsmagnetisierung gebildeten Dreiecks der $[011]$ -Magnetisierungskurve gerade die gesuchte Energiedifferenz $U_{011} - U_{100}$. Damit ergibt sich die Kristallanisotropiekonstante für 38.7 % zu $K_1 = 9.5 \cdot 10^3 \text{ erg/cm}^3$ mit einem geschätzten Fehler von 10 %. Dieser Wert stimmt mit dem von Bozorth und Walker⁸¹⁾ gemessenen überein. Er ist um den Faktor 50 bzw. 5 kleiner als der von Fe bzw. Ni und daher ist der Unterschied der Magnetisierungskurven auch erheblich kleiner.

b) Gegenüberstellung von Messungen vor und nach der Homogenisierung

Die in Abschnitt III B 2. (S. 21) auf den nicht homogenisierten Scheiben beobachtete Abweichung der LR von der $[100]$ -Achse existiert auch im Inneren der Einkristalle, wie die Volumenmagnetisierungskurven zeigen. Abb. 22 gibt als Beispiel die Kurven von 31.6 % vor (oben) und nach (unten) der Homogenisierung wieder. Vor der Homogenisierung tritt

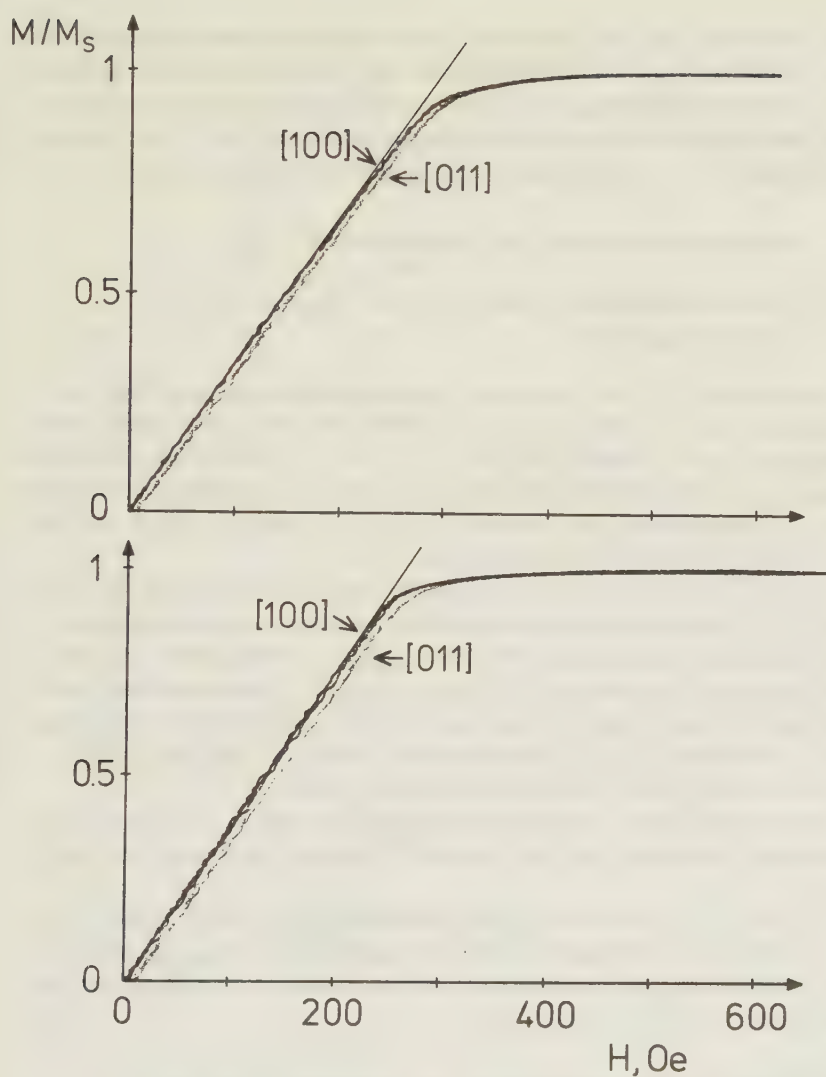


Abb. 22 Magnetisierungskurven der in Abb. 9, 11 und 20 gezeigten 31.6 % Scheibe vor (oben) und nach (unten) der Homogenisierung; die $[011]$ -Kurve wurde in der Abbildung gegen die $[100]$ -Kurve jeweils etwas nach rechts verschoben.

die Abweichung der [100]-Kurve von der Entmagnetisierungsgeraden deutlich früher auf als bei derjenigen danach, wodurch eine viel zu kleine Kristallanisotropieenergie vorgetäuscht wird. Daher können nur die an den homogenisierten Einkristallen gemessenen Werte für K_1 als charakteristisch für die betreffende Zusammensetzung angesehen werden.

3. Magnetisierungskurven bei Temperaturen bis T_c

a) Meßkurven und daraus Ermittlung der Variation von K_1 mit der Temperatur

Als Beispiel für die Variation der Magnetisierungskurven mit der Temperatur sind in Abb. 23 die [011]-Meßkurven für die zweifach homogenisierte 34.1 % Scheibe von Abb. 19 (S. 37) wiedergegeben. Die Abweichung von der Entmagnetisierungsgeraden nimmt mit zunehmender Temperatur ab, entsprechend der gegenüber der Magnetisierung schnelleren Abnahme der Kristallanisotropieenergie.

In Abb. 24 sind die für die homogenisierten Kristalle mit 34.1, 31.6 und 29.0 % gemessenen Kristallanisotropiekonstanten als Funktion von der Temperatur dargestellt. Die nicht homogenisierte Scheibe mit 38.7 % hatte wegen der in Abschnitt III B 3. a) (S. 23) vorausgesagten Verspannung bei hohen Temperaturen bei bereits 214°C nur eine verschwindend kleine Kristallanisotropiekonstante. Für 34.1 und 29.0 % sind typische abgeschätzte Fehlerbreiten eingezeichnet.

Der Verlauf von K_1 der homogenisierten Scheiben mit der Temperatur entspricht qualitativ der von Bozorth⁸⁶⁾ ermittelten Variation von K_1 für Fe.

Die für 20°C bestimmten Kristallanisotropiekonstanten stimmen für 38.7 und 34.1 % mit denen von Bozorth und Walker⁸¹⁾ überein, während die für 31.6 und 29.0 % annähernd auf der extrapolierten K_1 -Kurve liegen (siehe auch Abb. 52 S. 94).

b) Einfluß der Homogenisierung und Auswirkung einer Anreicherung von Ni

Die Abbildungen 25, 26 und 27 zeigen die Magnetisierungskurven nahe T_c für die Scheibe aus 34.2 % (Abb. 8 S. 16 und Abb. 14 S. 27) und die

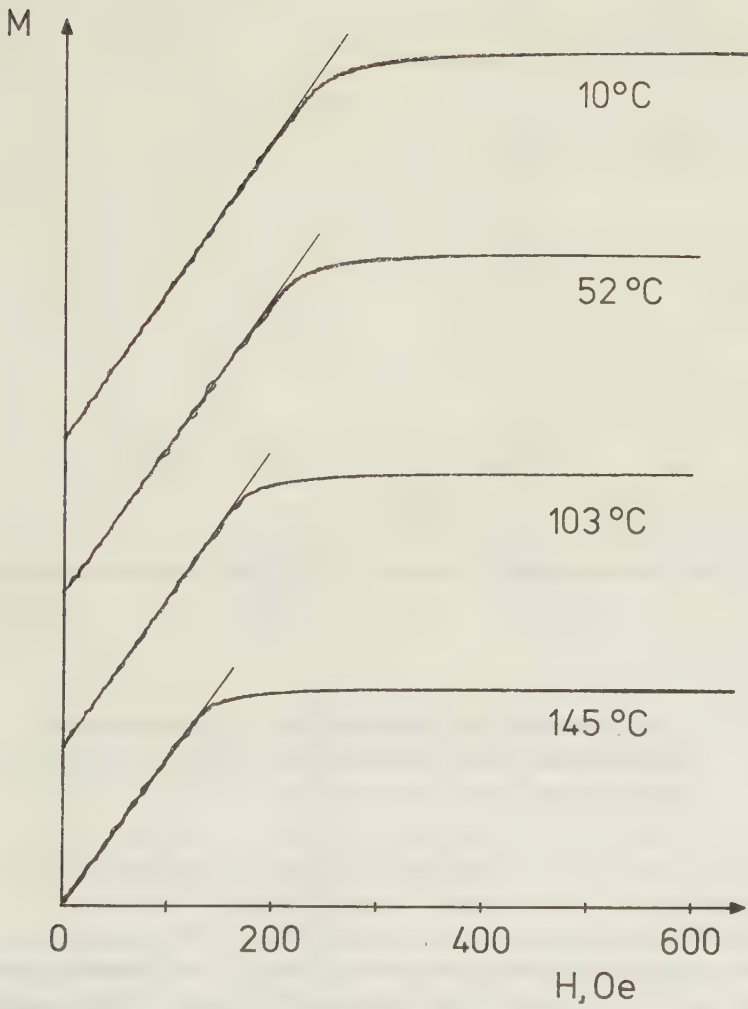


Abb. 23 [011]-Magnetisierungskurven der zweifach homogenisierten 34.1 % Scheibe bei verschiedenen Temperaturen (Magnetisierung in willkürlichen Einheiten)

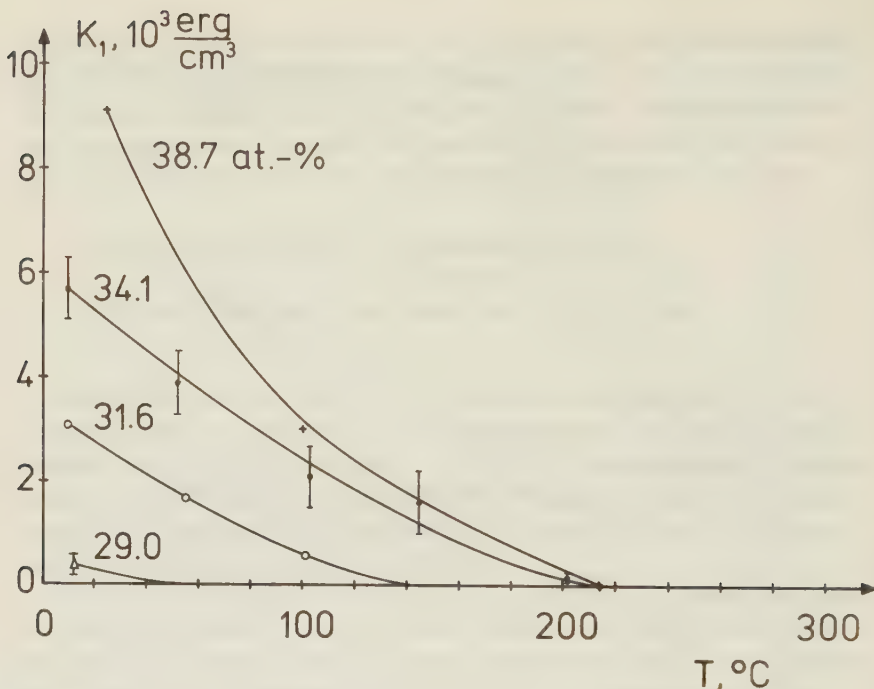


Abb. 24 K_1 als Funktion der Temperatur für die homogenisierten Kristalle aus 34.1, 31.6 und 29.0 %, sowie für die nicht homogenisierte Scheibe aus 38.7 %

aus 34.1 % (Abb. 19 S. 37) nach der ersten und der zweiten Homogenisierung.

Die Meßkurve der 34.2 % Scheibe bei 205°C (Abb. 25) weicht wegen magnetischer Inhomogenitäten, verursacht durch die Konzentrationsunterschiede, stark vom idealen Verlauf entlang der Entmagnetisierungsgeraden ab. Die Probe wurde, wie bereits früher erwähnt (S. 25 f.), auch im Vakuum geglüht, wobei sie abgedeckt war, so daß nur vom Rand bevorzugt Fe abdampfen konnte, was dort zu einer Anreicherung an Ni⁶⁷⁾ und damit einem höheren T_c führte. Bei 225°C ist praktisch nur noch der mit Ni angereicherte Rand ferromagnetisch, der bereits bei 40 Oe gesättigt wird. Da selbst bei 300°C $M(0,T)$ einen relativ hohen Wert hat, muß die Ni-Anreicherung über 5 % betragen, wie auch früher beobachtet⁶⁷⁾.

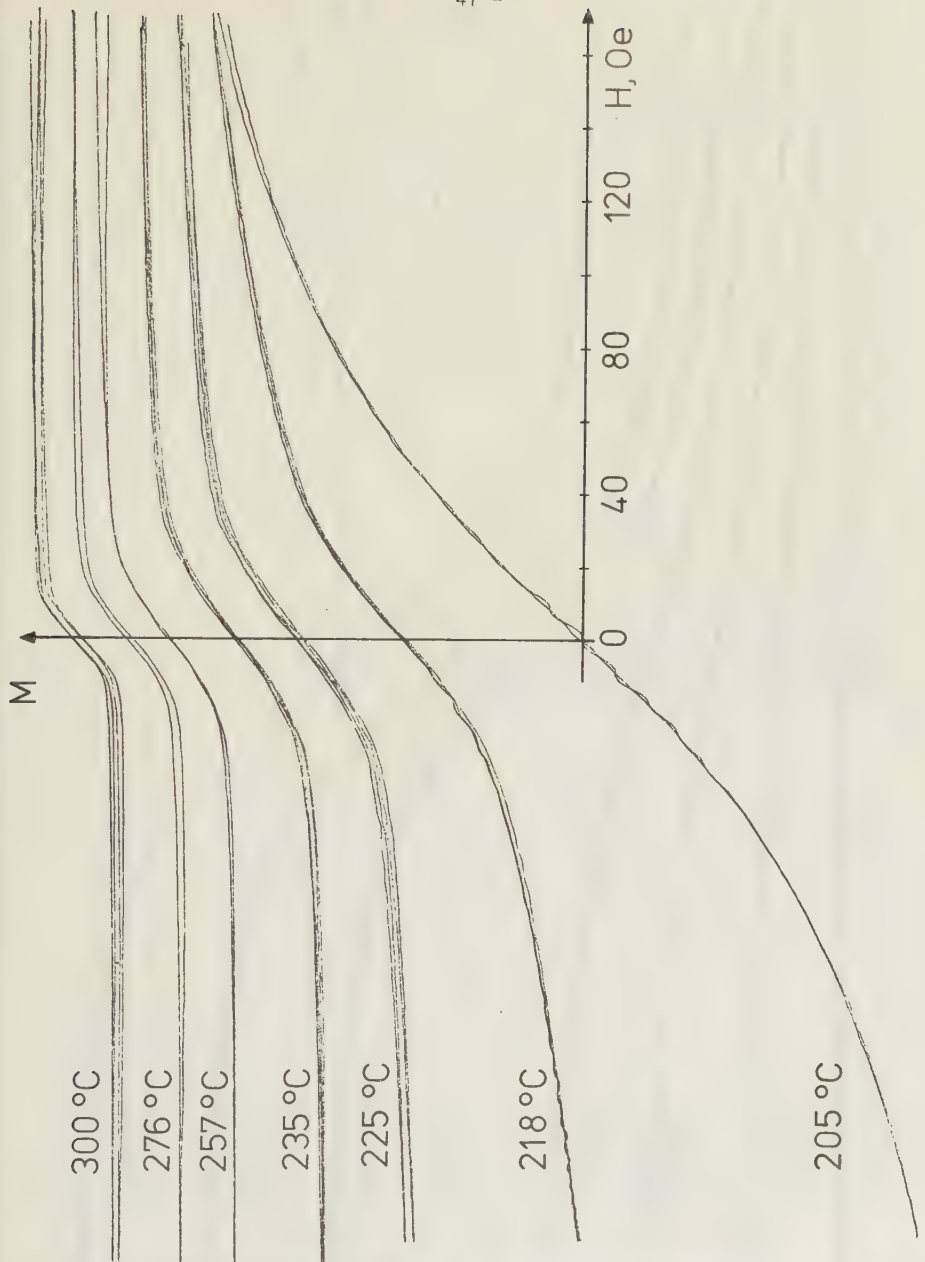


Abb. 25 Magnetisierungskurven ($H \parallel [100]$) nahe T_c einer nicht homogenisierten 34.2 % Scheibe (Abb. 14 S. 27), deren Rand durch Glühung im Vakuum mit Ni angereichert war.

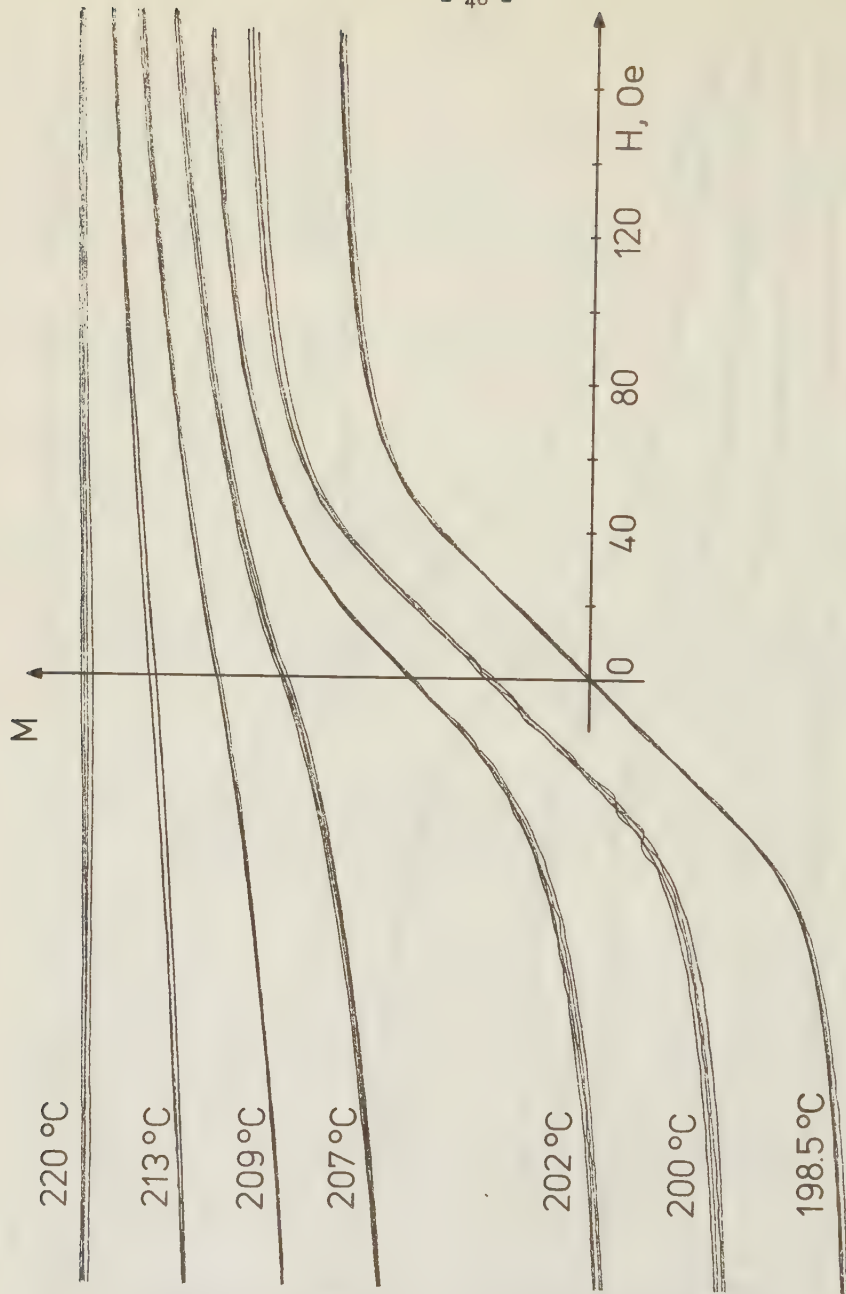


Abb. 26 Magnetisierungskurven ($H \parallel [100]$) nahe T_c einer 34.1 % Scheibe (Abb. 19 S. 37) nach der ersten Homogenisierung

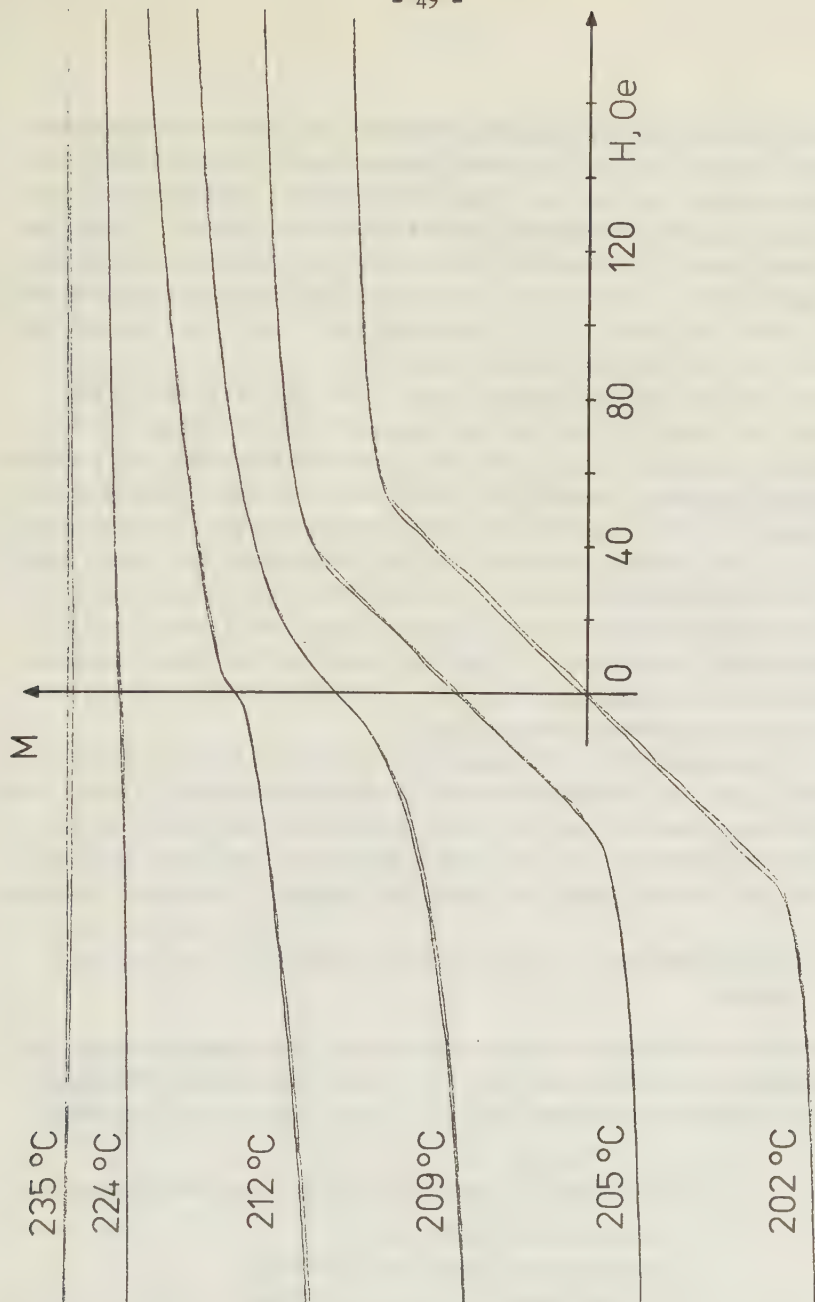


Abb. 27 Magnetisierungskurven ($H \parallel [100]$) nahe T_c einer 34.1 % Scheibe (Abb. 19 S. 37) nach zweiter Homogenisierung mit leichter Ni-Anreicherung der Oberfläche

Nach der ersten Homogenisierung verlaufen die Magnetisierungskurven der 34.1 % Probe bis 200°C annähernd entsprechend den Erwartungen für ideale Kristalle, bei höheren Temperaturen weichen sie immer mehr davon ab. Der wesentliche Unterschied gegenüber dem Verhalten bei tiefen Temperaturen besteht in einem deutlichen Ansteigen der Magnetisierung mit dem Magnetfeld auch bei großen Feldstärken. Die Suszeptibilität für hohe Feldstärken nimmt also mit der Temperatur bis T_c zu, wo sie ein Maximum erreicht und sinkt danach wieder stetig ab.

Auch nach der zweiten Homogenisierung (Abb. 27) tritt bei T_c ein Maximum der Suszeptibilität für hohe Magnetfelder auf, jedoch ist der Temperaturbereich kleiner, in dem die Suszeptibilität groß ist, entsprechend den geringeren magnetischen Inhomogenitäten. Durch eine gegenüber dem Normalfall (S. 6) um 50°C höhere Oberflächenrekristallisationsglühung trat eine Anreicherung von Ni auf den Oberflächen auf. Diese stellen daher Schichten mit höherem T_c als die übrige Probe dar. Wegen des kleinen Entmagnetisierungsfaktors wurden sie bei 212°C schon mit ca. 5 Oe gesättigt, was in Abb. 27 deutlich erkennbar ist. Da die Anreicherung von Ni nur geringfügig war, hatte sie bereits keinen Einfluß mehr auf die Magnetisierungskurve bei 224°C .

Die Abbildungen 25 bis 27 zeigen, daß die Homogenisierung der Einkristalle zu einer Verkleinerung des Temperaturbereichs um T_c führt, bei dem die Magnetisierung auch bei hohen Feldstärken noch weiter mit dem Magnetfeld zunimmt. Nicht zu kleine Anreicherungen von Ni am Rand oder auf den Oberflächen lassen sich wegen dem erhöhten T_c deutlich erkennen.

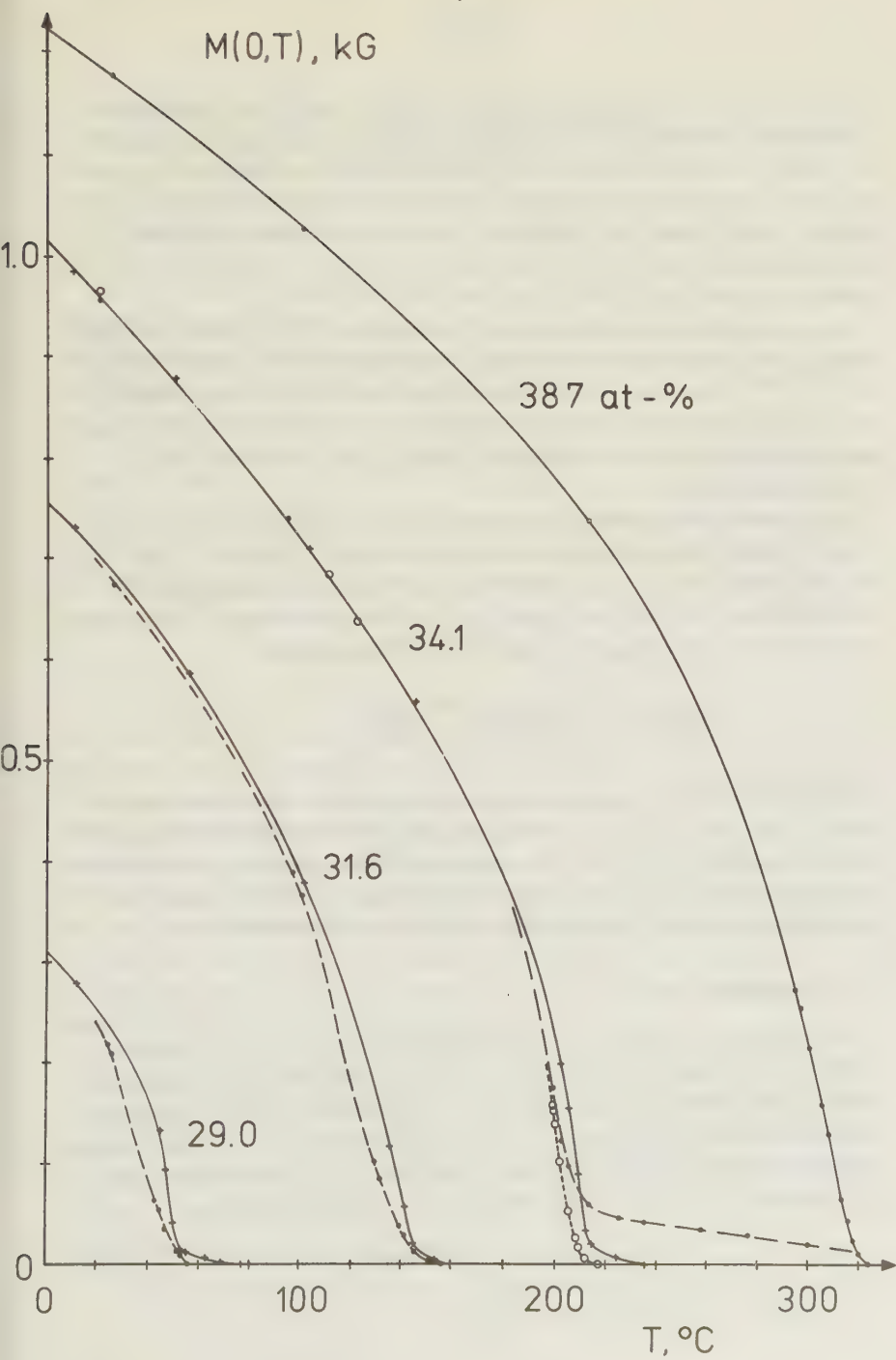
c) Abhängigkeit der spontanen Magnetisierung $M(0,T)$ von der Temperatur

Aus den Volumen-Magnetisierungskurven wurde durch Extrapolation der Sättigungsmagnetisierung nach $H = 0$ die jeweilige spontane Magnetisierung der Einkristallscheiben bestimmt. Die auf diese Weise erhaltenen

Abb. 28 Spontane Magnetisierung $M(0,T)$ als Funktion der Temperatur

- : = nicht homogenisierte und
- + : = homogenisierte Einkristallscheiben
- o : = einfach homogenisierte 34.1 % Probe

Die 34.2 % Scheibe (mit • bei "34.1" eingetragen) ergibt einen langen "Schwanz" wegen der Ni-Anreicherung des Randes.



Werte sind in Abb. 28 in Abhängigkeit von der Temperatur aufgetragen.

Deutlich erkennbar ist der lange "Schwanz" der nicht homogenisierten 34.2 % Probe, der durch eine Ni-Anreicherung des Randes verursacht wird, wie oben bereits besprochen. Die von Hausch und Warlimont⁶²⁾ gezeigten Kurven haben noch erheblich weiter ausgedehnte "Schwänze", da die Homogenisierung von 170 h bei 1200 - 1300°C bei diesen Autoren im Vakuum erfolgte⁶⁷⁾.

Durch die Homogenisierung konnte deutlich die $M(0,T)$ -Kurve dem Verlauf der $M(0,T)$ -Kurve von reinen Ferromagneten besser angenähert werden⁶⁸⁾⁸⁹⁾⁹⁰⁾. Der noch auftretende kleine Schwanz wird fast ausschließlich durch eine Ni-Anreicherung der Oberflächen bei der relativ hohen Rekristallisationsglühung bestimmt (siehe oben), also auch durch Inhomogenitäten.

Eine genaue Analyse der Abhängigkeit der spontanen Magnetisierung $M(0,T)$ von der Temperatur, wie sie von Cochrane und Graham⁹¹⁾ für 34 % und 40 % durchgeführt wurde, war wegen der geringen Meßgenauigkeit nicht möglich. Es ließ sich daher auch die nach Wohlfarth⁴⁴⁾ für "very weak itinerant" Ferromagneten geforderte Abhängigkeit:

$$M(0,T)^2 = M(0,0)^2(1 - (T/T_0)^2)$$

nicht nachweisen. Die spontane Magnetisierung wird außer durch Spinwellen, auch noch durch die Variation des Gitterparameters mit der Temperatur bestimmt⁵¹⁾⁹¹⁾. Für eine genaue Analyse ist darum auch die Berücksichtigung der Variation der Gitterkonstanten und die durch sie verursachte Änderung der spontanen Magnetisierung notwendig.

d) Bestimmung von T_0

Da der maximale Fehler der Temperaturmessung bis zu $\pm 3^\circ\text{C}$ betrug, wurde zur Bestimmung bzw. Definition der ferromagnetischen Curie-Temperatur T_0 das denkbar einfachste Verfahren gewählt. Die $M(0,T)$ -Kurven der homogenisierten Kristalle (außer 38.7 %) wurden in ihrem steilsten Abschnitt linear bis zur Abszisse verlängert. Der Schnittpunkt ergab die Temperatur, die als Curie-Temperatur T_0 definiert wurde.

V OBERFLÄCHEN- BZW. KERR-MAGNETISIERUNGSKURVEN UND BERNICHS-BILDER VON ZIMMERTEMPORATUR BIS T₀

1. Vorüberlegungen

Um die Kerr-Beobachtungen für Messungen benutzen zu können, die auch Aufschluß geben darüber, ob Magnetisierungsänderungen durch Wandverschiebungen oder durch Drehprozesse bewirkt werden, müssen spezielle Bedingungen an die Justierung gestellt werden.

Bei der Beobachtung der Magnetisierung mit dem Kerr-Effekt ist die Helligkeit integriert über die gesamte Oberfläche ein direktes Maß der Oberflächenmagnetisierung⁷⁰⁾⁶⁵⁾⁷²⁾. Die Meßrichtung wird dabei definiert durch die Einfallsebene EE, da Magnetisierungen der Oberfläche senkrecht zur EE keinen Kontrast liefern. Nach Kranz und Hubert⁶⁵⁾ gilt für die Helligkeit eines einzelnen Bereiches:

$$I = (v + K)^2 + I_0$$

v ist die Amplitude der Komponenten des nach den Fresnelschen Beziehungen reflektierten Lichtes (annähernd parallel oder senkrecht zur EE polarisiert), das noch durch den Analysator dringt. K ist die Kerr-Amplitude, die durch zirkulare Doppelbrechung erzeugte Komponente senkrecht zur Polarisationssebene des einfallenden Lichtes, wie beim Faraday-Effekt verursacht durch die magnetische Induktion B . K geht praktisch unverkleinert durch den Analysator A hindurch. I_0 ist die Untergrundintensität, die hauptsächlich durch den endlichen Polarisationsgrad der Polarisatoren, die auftretende Abweichung der Lichtstrahlen von der Parallelität beim Durchgang durch die Polarisatoren und durch Unebenheiten der magnetischen Oberfläche hervorgerufen wird.

In den folgenden Überlegungen wird angenommen, daß $I_0 = 0$.

Voraussetzung für die angegebene Beziehung für I ist, daß v und K phasengleich sind, was nach Kranz und Hubert⁶⁵⁾ durch geringfügige Verdrehungen von Polarisator und Analysator immer erreichbar ist. Ohne daß die Bedingung der Phasengleichheit verletzt wird, ist es damit auch möglich, v zu variieren⁶⁵⁾.

Stellt man Polarisator und Analysator so ein, daß

$$v = K_m$$

wird, wobei K_m die Kerramplitude für $M = M_s$ sein soll, so erhält

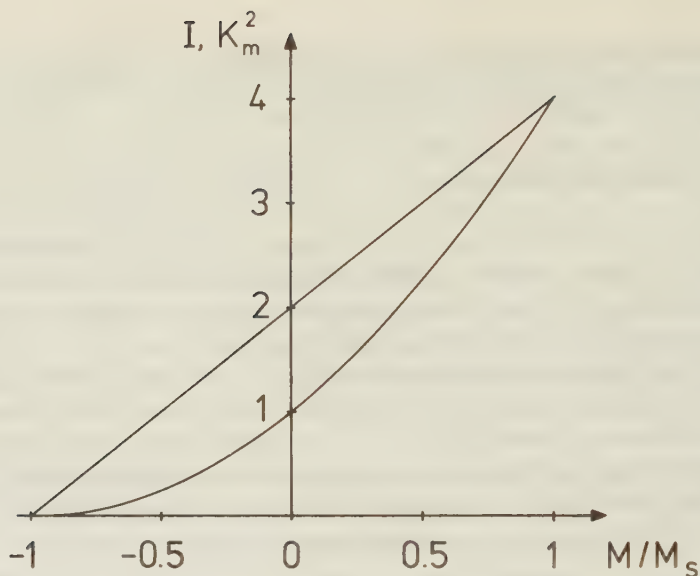


Abb. 29 Die lineare bzw. quadratische Abhängigkeit der Intensität von der Magnetisierung der Oberfläche für Wandverschiebungen bzw. Drehprozesse und den Fall, daß Analysator und Polarisator so eingestellt sind, daß $I = 0$ für $M = -M_s$

man für Bereiche, deren Magnetisierung parallel bzw. antiparallel zur Einfallsebene EE liegt:

$$I_+ = 4K_m^2 \quad \text{und} \quad I_- = 0$$

Wird ein Magnetfeld parallel zur EE angelegt, dann treten, sofern keine Magnetisierungskomponenten senkrecht zur EE vorhanden sind, nur Wandverschiebungen auf. Es gilt dann für die über alle Bereiche integrierte Intensität die einfache lineare in Abb. 29 dargestellte Abhängigkeit von der Oberflächenmagnetisierung:

$$I = (1/2)(1 + (M/M_s)) \cdot 4K_m^2 \sim M/M_s$$

Für den Fall, daß nur Drehprozesse auftreten, zum Beispiel, wenn die spontane Magnetisierung sich ohne Feld senkrecht zur EE einstellt, er-

hält die Intensität den in Abb. 29 dargestellten quadratischen Verlauf mit der Magnetisierung, wie jetzt ausgeführt werden soll.

Die Kerr-Amplitude ist proportional zur Komponenten der magnetischen Induktion parallel zur EE und damit proportional zur relativen Magnetisierung in Richtung EE, da das Magnetfeld H vernachlässigt werden kann:

$$K \sim B = H + 4\pi M \approx 4\pi M = M/M_s$$

Gilt wie oben $v = K_m$, so ist:

$$I = (K_m + K)^2 = (M/M_s)^2 + 2(M/M_s) + 1$$

$$\text{mit } -K_m \leq K \leq +K_m$$

Es läßt sich daher zwischen Wandverschiebungs- und Drehprozessen bei der angegebenen Versuchsbedingung unterscheiden.

Werden Analysator und Polarisator so gedreht, daß $v \gg K_m$ wird, so ist die Intensität auch für Drehprozesse eine lineare Funktion der Magnetisierung:

$$I = v^2 + 2vK + K^2 \approx v^2 + 2vK = M$$

Bei den in diesem Abschnitt und im Anfang gezeigten Kerr-Magnetisierungskurven war stets $v \approx K_m$, außer bei den Messungen nahe T_c , wo $v \gg K_m$ eingestellt wurde.

Während für die Kerr-Kurven die EE stets parallel zur Magnetfeldrichtung lag, war bei den Kerr-Aufnahmen die EE immer parallel zur [100]-Achse der Probe. In den Bildern zeigt die [100]-Richtung nach rechts und die [011]-Richtung nach oben.

2. Bei Zimmertemperatur

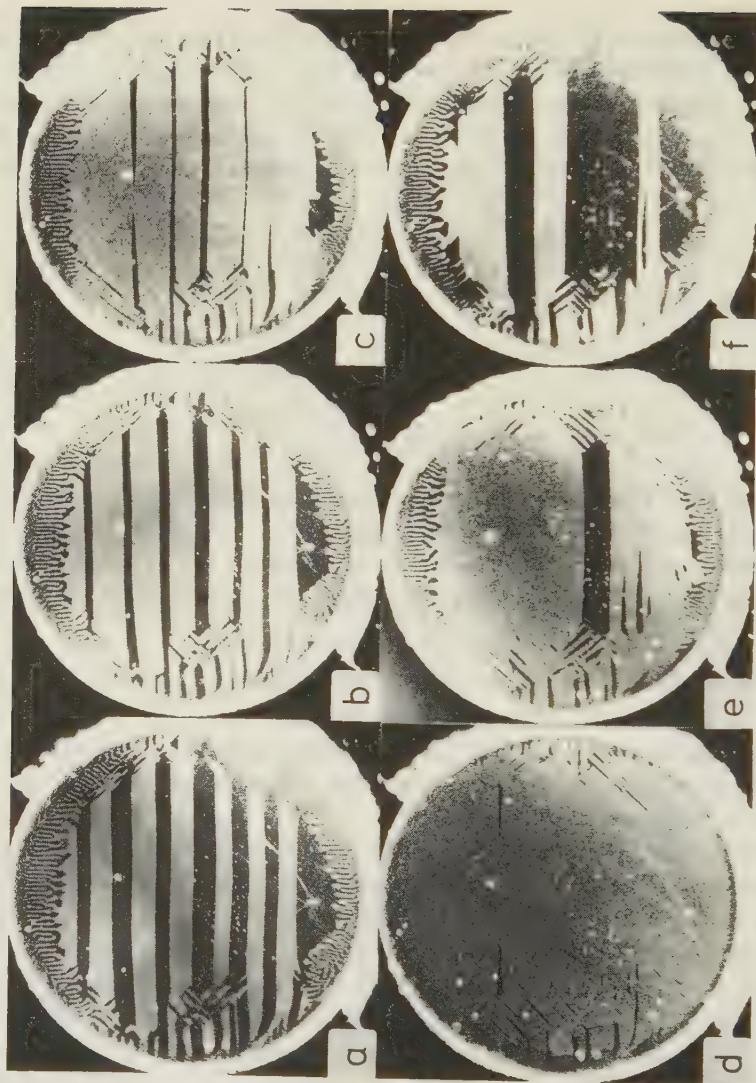
a) Bereichsbilder

Die Variation der Bereichsstruktur mit einem parallel zur [100]-Achse angelegten Magnetfeld (quasistatisch) bei 38.7 % zeigt Abb. 30. Die Abschlußbereiche am oberen und unteren Rand der Probe ändern sich erst oberhalb von 200 Oe, da sie nur kleine Magnetisierungskomponenten paral-

mit 50 Kz entmagnetisiert

100 Oe

200 Oe



300 Oe

zurück auf 200 Oe
nach Sättigung

Remanenz bei 0 Oe

Abb. 30 Bereichsstruktur einer 38,7 % Scheibe bei einem $\parallel$ zur $[100]$ -Achse angelegten Magnetfeld

lei zur [100]-Achse enthalten. Bei 300 Oe ist die Oberfläche nahezu gesättigt, obwohl das Volumen nach Abb. 21 (S.41) erst "oberhalb" von 350 Oe die Sättigung erreicht. Beim Zurückregeln der Feldstärke bilden sich, zum Teil unstetig, breite Balkenbereiche, deren Wände sich ebenfalls zum Teil unstetig verschieben, bis bei 0 Oe drei dunkle Balken sich ausgebildet haben, statt 7 bei einer Entmagnetisierung mit 50 Hz. Die Remanenz ist klein.

Bei der Einkristallscheibe aus 34.2 % wird durch das Magnetfeld sowohl die Struktur der größeren als auch der Lamellenbereiche gleichmäßig verändert (Abb. 31 oben). Nach der Sättigung stellt sich bei dem Herunterregeln des Feldes auf 0 Oe eine annähernd senkrecht ausgerichtete Lamellenstruktur ein. Die übrigen Bereiche sind im Mittel nur unwesentlich größer geworden und ergeben nur eine minimale Remanenz.

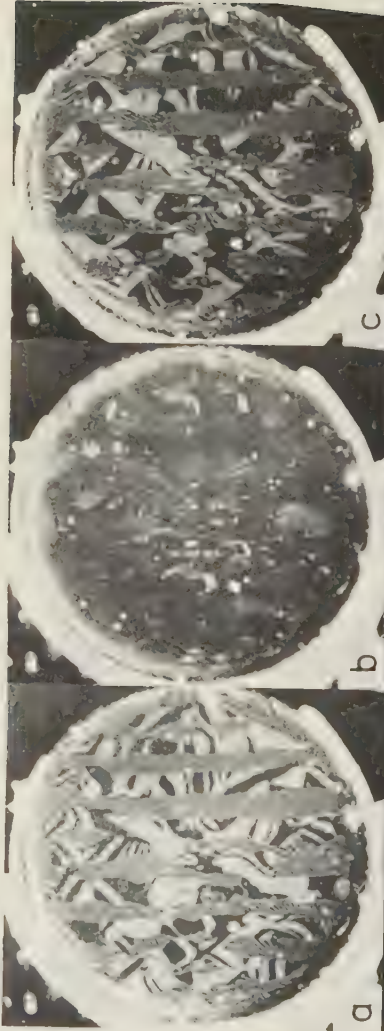
Eine maximale Remanenz $M_r \approx M_s$ zeigt dagegen die Oberfläche der 29.0 % Scheibe nach der Sättigung (Abb. 31 f.). Wegen der kleinen spontanen Magnetisierung war diese Probe bei 60 Oe fast homogen magnetisiert; nur am linken und rechten Rand treten Fleckenbereiche auf, da hier das entmagnetisierende Feld, ähnlich wie bei einem ferromagnetischen Stab⁹²⁾, größer als in der Mitte ist.

Ein ähnliches Verhalten wie die 34.2 % Probe zeigt auch die 31.6 % Scheibe vor der Homogenisierung (Abb. 32 oben). Nach der Homogenisierung (Abb. 32 unten) stellt sich, bedingt durch die größeren Bereiche und die Verunreinigung des Randes und der Oberfläche mit Si eine deutliche Remanenz ein.

b) Kerr-Magnetisierungskurven

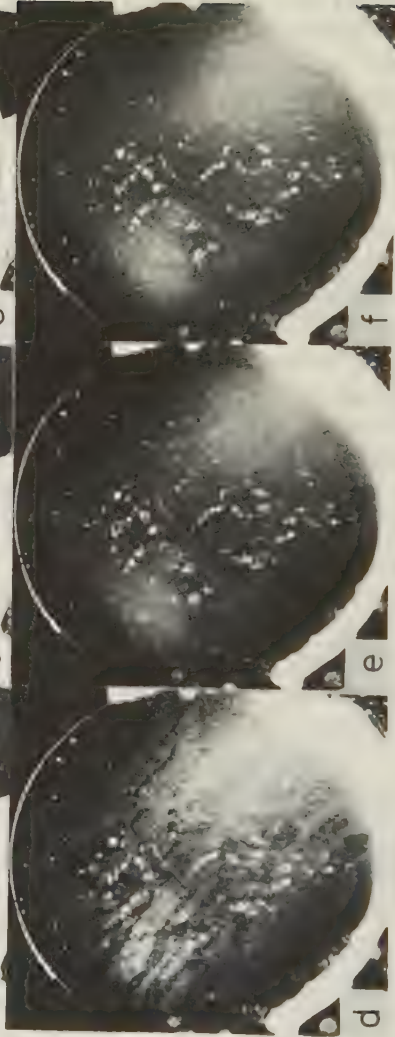
In Abb. 33 sind typische Kerr-Magnetisierungskurven der Vorder- und der Rückseite der 38.7 % Scheibe wiedergegeben. Wegen der zum Teil unstetigen Bewegung der Blochwände der relativ großen Balkenbereiche, sind die Kurven nicht streng reproduzierbar. Die der Vorderseite, deren Bereichsumordnung in Abb. 30 zu sehen ist, haben im Mittel eine positive Hysterese und einen annähernd linearen aber steileren Verlauf als die Entmagnetisierungsgerade der Volumenmagnetisierungskurve. Dagegen zeigen die Kerr-Magnetisierungskurven der Rückseite im Mittel eine negative Hysterese und einen deutlich flacheren Verlauf, so daß das Mittel der Kurven von Vorder- und Rückseite der Volumenmagnetisierungskurve entspricht.

mit 50 Hz entmagnetisiert
- 100 Oe
Remanenz bei 0 Oe
nach Sättigung



34.2 %

mit 50 Hz entmagnetisiert
60 Oe
Remanenz bei 0 Oe
nach Sättigung



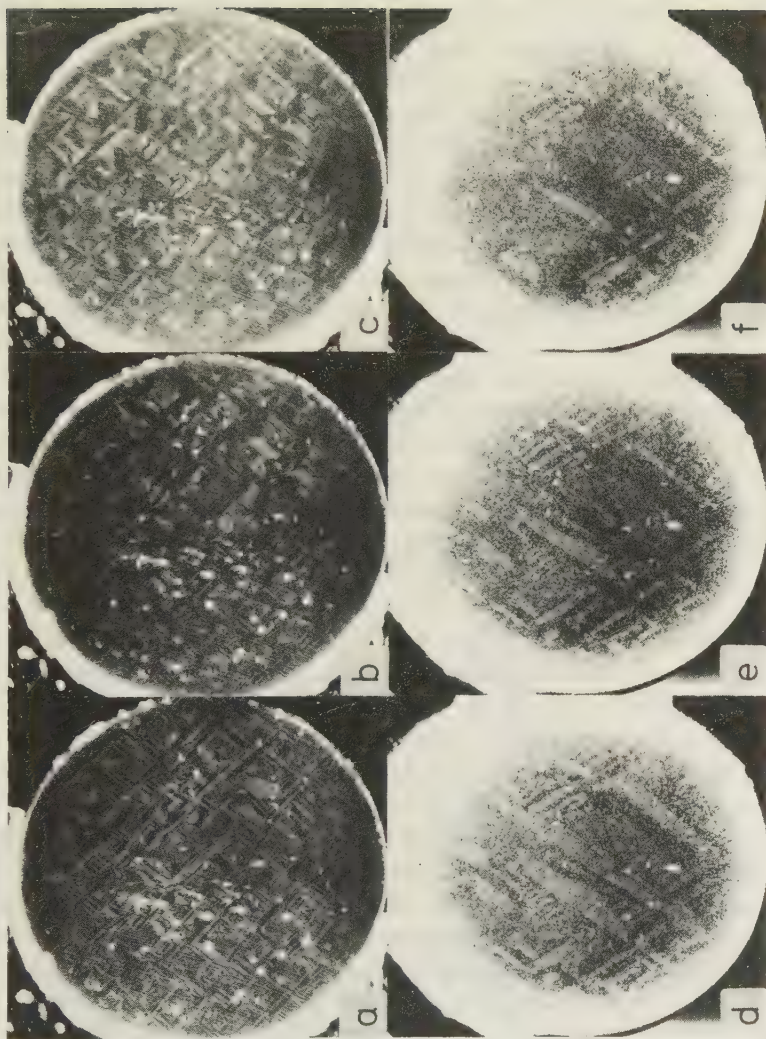
29.0 %

Abb. 31 Bereichsstruktur einer 34.2 (a-o) bzw. 29.0 % Scheibe (d-f) bei einem
parallel zur [100]-Achse angelegten Magnetfeld

- 40 Oe nach
Sättigung

- 100 Oe

mit 50 Hz entmagnetisiert



Remanenz bei 0 Oe
nach Sättigung

- 50 Oe

mit 50 Hz entmagnetisiert

Abb. 32 Bereichsstruktur einer 31.6 % Scheibe vor (a-c) und nach (d-f) der Homogenisierung bei einem parallel zur [100]-Achse angelegten Magnetfeld

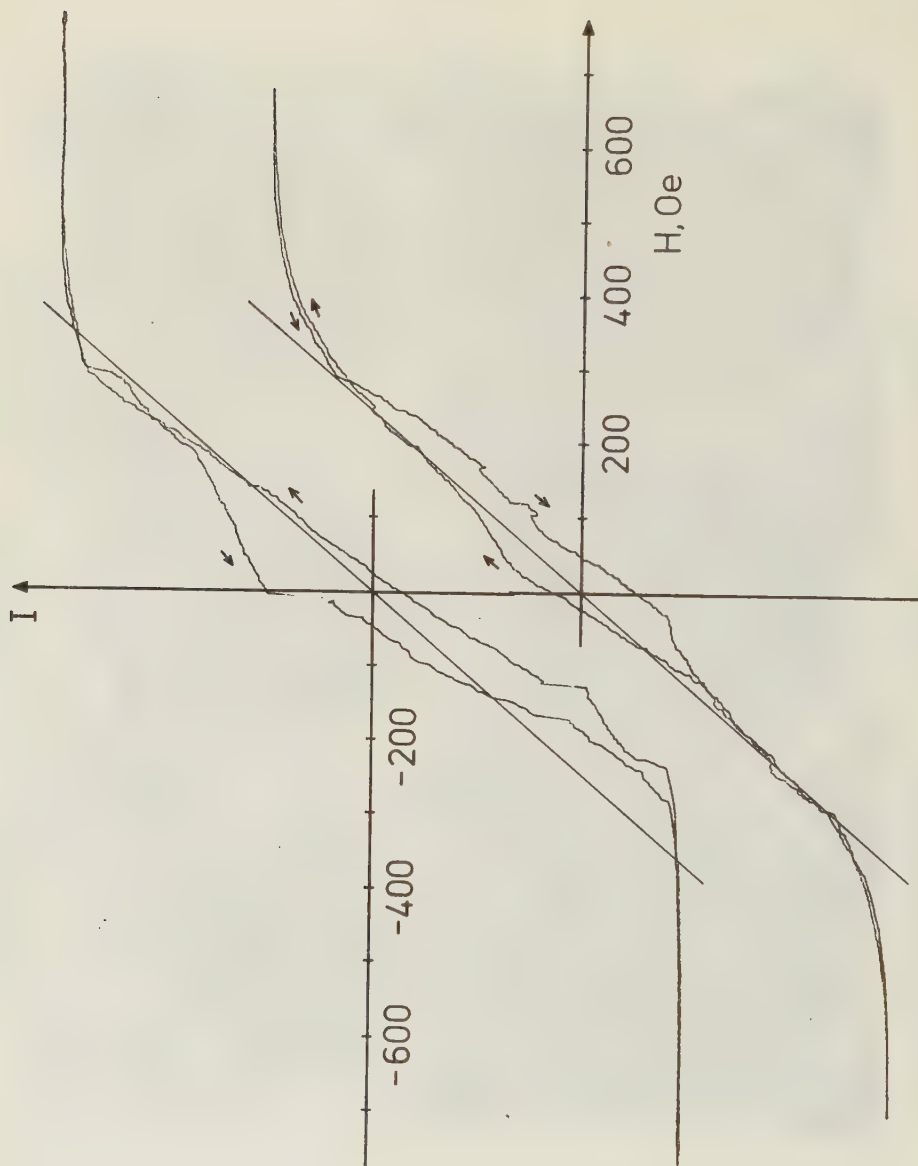


Abb. 33 Kerr-Magnetisierungskurven von Vorder- und Rückseite (unten) der in Abb. 30 (S. 56) gezeigten 38.7 % Scheibe mit Entmagnetisierungsgerade des Volumens, $H \parallel [100]$, Intensität I in willkürlichen Einheiten

Die Ursache für das verschiedene Verhalten der Vorder- und der Rückseite ist wahrscheinlich die unterschiedliche, wenn auch minimale Fehl-orientierung der Oberflächen, wegen einer Abweichung von der idealen planparallelen Form, die auf der Rückseite Ausgleichszwickel erheblich stärker bevorzugt als auf der Vorderseite, wie Bereichsbeobachtungen ergaben. Von Kranz und Passon⁷⁰⁾ wurden Ausgleichszwickel als Ursache für negative Kerr-Hysteresen an Fe-Si gefunden. Damit erklärt sich der Verlauf der Kurve der Rückseite. Die Vorderseite muß, um Streufelder zu minimalisieren, eine Oberflächenmagnetisierung haben, die mit der der Rückseite gemittelt gerade die Volumenmagnetisierung ergibt, da Streufeldkompensationen im Inneren der Probe sicherlich energetisch ungünstiger sind.

Die Oberfläche der 34.2 % Scheibe ergab gut reproduzierbare Kerr-Magnetisierungskurven mit nur geringer Hysterese (Abb. 34 oben) wegen der verhältnismäßig feinen Bereichsstruktur und der vorhandenen Spannungen. Da diese Probe aber Bereiche mit von der [100]-Achse abweichender LR hat (S. 21), treten auch Drehprozesse auf, die zu einer deutlichen Abweichung der Kurve von der Punktsymmetrie (zu $H=0$, $M=0$) führen. Die Volumenentmagnetisierungsgerade ist immer so eingezeichnet, daß sie die Intensitätsachse im Mittelwert der Intensitäten für $-M_s$ und $+M_s$ schneidet. Aus der Überlegung zur Abb. 29 (S. 54) geht hervor, daß die Kurve, entstanden durch die Mittelung der beiden Äste der Kerrhysterese, bei reinen Wandverschiebungen ebenfalls durch diesen Punkt geht. Kommen Drehprozesse hinzu, so verschiebt sich der Schnittpunkt der gemittelten Kerrhysterese gegen den Schnittpunkt der Volumenentmagnetisierungsgeraden mit der Intensitätsachse. Der Anteil der Drehprozesse kann dann entsprechend Abb. 29 aus dieser Verschiebung entnommen werden.

Praktisch keine Abweichung von der Punktsymmetrie weist die Kerr-Magnetisierungskurve der 29.0 % Scheibe (Abb. 34 unten) auf, die der einer dünnen Schicht gleicht. Wie weiter unten gezeigt wird, ist tatsächlich eine Ni-Anreicherung der Oberfläche, also eine dünne Schicht, mitbestimmend für den Verlauf dieser Kerr-Kurve.

Eine ähnliche Kerr-Magnetisierungskurve wie die von 34.2 % hatte die 31.6 % Scheibe vor der Homogenisierung (Abb. 35 oben). Nach der Homogenisierung (Abb. 35 unten) ergab sich wie erwartet eine mehr punktsymmetrische Kurve, die eine größere Hysterese wegen der ausgedehnteren Bereiche und der Verunreinigung mit Si zeigt. Die immer noch deutliche Abweichung vom idealen Verlauf läßt erkennen, daß noch Spannungen vor-

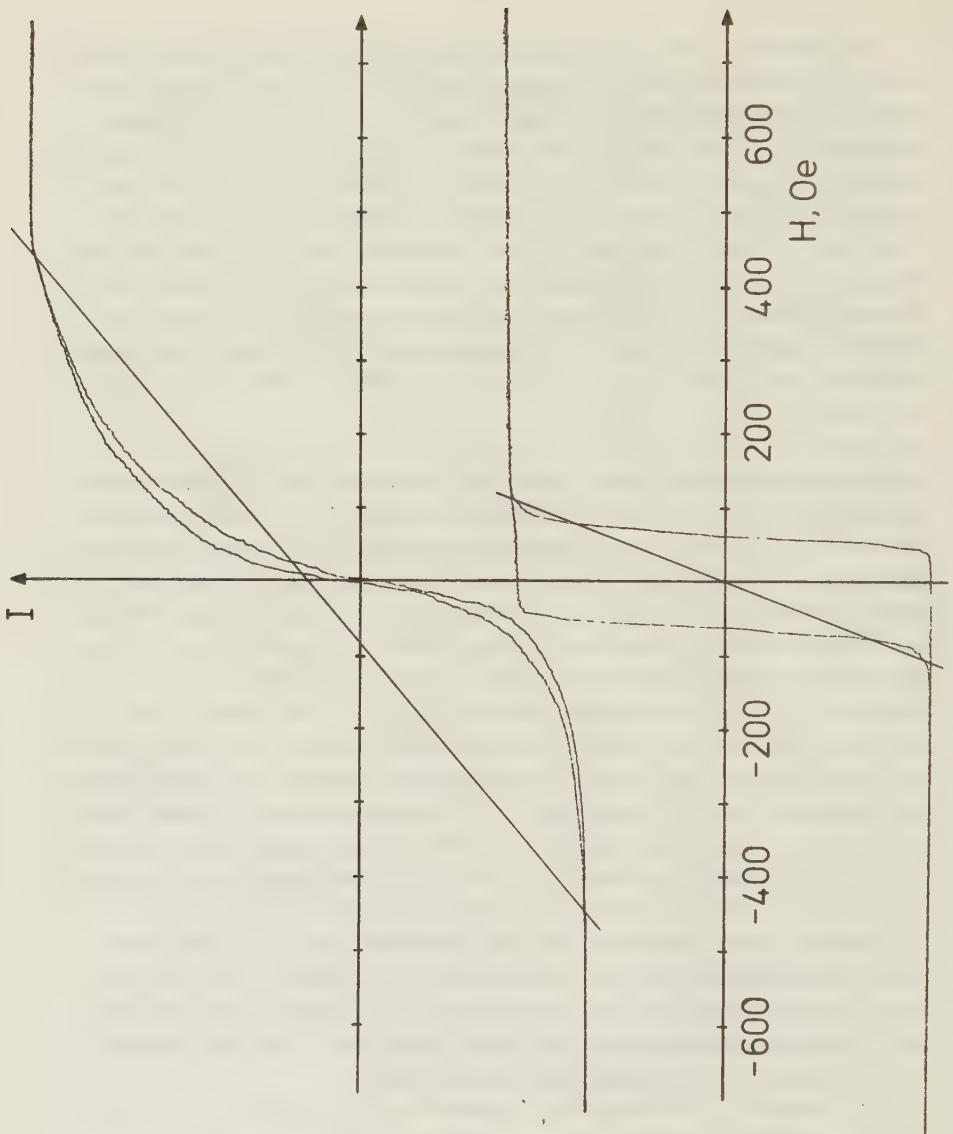


Abb. 34 Kerr-Magnetisierungskurven und Volumen-Entmagnetisierungsgeraden der in Abb. 31 (S. 58) gezeigten Proben mit 34.2 (oben) und 29.0 % (unten), $H \parallel [100]$, I in willkürlichen Einheiten

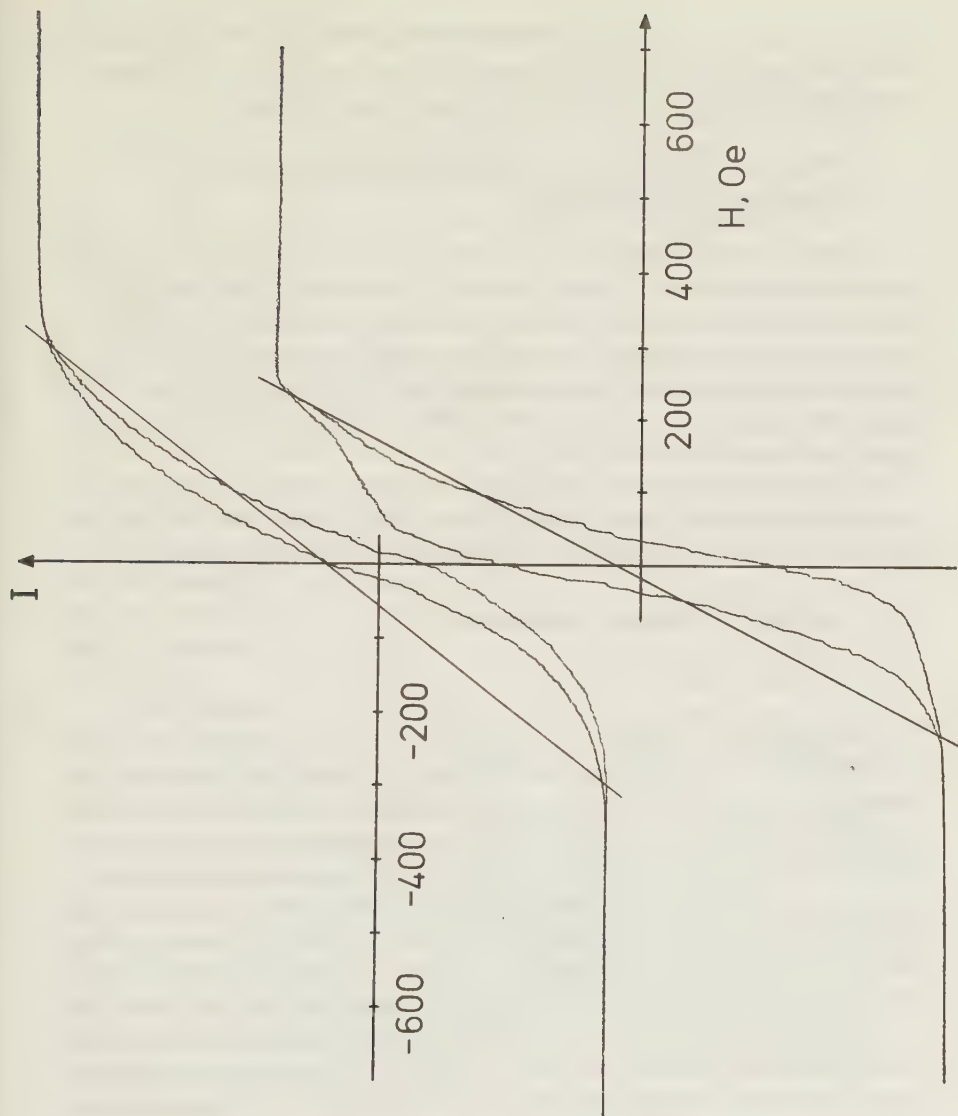


Abb. 35 Kerr-Magnetisierungskurven und Volumen-Entmagnetisierungsgeraden der in Abb. 32 (S. 59) gezeigten Probe mit 31.6 % vor (oben) und nach (unten) der Homogenisierung, $H \parallel [100]$, I in willkürlichen Einheiten

handen sind, die leicht eine Auslenkung der LR aus der [100]-Achse bevorzugen, was nach den Betrachtungen der Bereichsstruktur der entmagnetisierten Probe in III B 4. (S. 39) angenommen wurde.

c) Diskussion der Ergebnisse der Bereichsbeobachtungen und Kerr-Magnetisierungskurven

Entsprechend den Überlegungen in III B (S. 19 f.) zeigt beim Anlegen eines Magnetfeldes $\parallel$ zu [100] nur die 38.7 % Scheibe eine Kerr-Magnetisierungskurve, die direkt mit der Oberflächen-Magnetisierungskurve identifiziert werden kann. Die Abweichung der LR von der [100]-Achse macht sich wie nach den Vorüberlegungen auf S. 53 f. zu erwarten, durch einen Verlauf bemerkbar, der nicht linear zur Magnetisierung und daher nicht punktsymmetrisch ist.

Die Kerr-Magnetisierungskurven, die mit Hilfe der Bereichsbilder interpretiert werden können, werden erheblich stärker durch den Zustand der Einkristalle beeinflusst als die Volumenmagnetisierungskurven.

3. Bei bis T_c erhöhten Temperaturen

a) Vorbemerkungen

Beim Erhöhen der Temperatur bis T_c geht die spontane Magnetisierung $M(0, T)$ und die Kristallanisotropiekonstante K_1 gegen Null wie beim Übergang zu Proben bei Raumtemperatur mit niedrigerer Ni-Konzentration. Eine Oberflächenanreicherung von Ni wird bei Temperaturerhöhung, zum Beispiel der 38.7 % Scheibe, bis in die Nähe von T_c deutlich Einfluß gewinnen entsprechend den Raumtemperaturbeobachtungen bei 29 %. Zusätzlich tritt durch eine Erhöhung der Temperatur bei 38.7 % noch eine Verspannung durch Konzentrationsgradienten auf, wie sie bei niedriger Ni-Konzentration bereits bei 0°C und darüber vorhanden ist (Abb. 12 S. 24).

Es ist also zu erwarten, daß die Bereichsstruktur und damit auch die Kerr-Magnetisierungskurve der 38.7 % Probe sich beim Erhöhen der Temperatur so ändert, als würde jeweils eine andere Probe bei Raumtemperatur aber mit niedrigerer Ni-Konzentration beobachtet bzw. gemessen.

b) Typische Kerr-Magnetisierungskurven

Die parallel zur [100]-Achse gemessenen Kerr-Magnetisierungskurven der verschiedenen Einkristallscheiben zeigten in Abhängigkeit von der Temperatur ein ähnliches Verhalten, wenn man von Feinheiten absieht, die hier nicht diskutiert werden sollen. In den Abbildungen 36 - 38 sind die an der 38.7 % Probe gemessenen Kurven für Temperaturen bis T_c wiedergegeben, an denen das typische Verhalten erläutert werden soll.

Wegen der Ausblendung eines Randes von ca. 1 mm verlaufen die "effektiven Entmagnetisierungsgeraden" steiler als die des gesamten Volumens.

Bis zu Temperaturen von ca. 150°C (Abb. 36) ist der Verlauf der Kurven annähernd punktsymmetrisch, es treten also nur Wandverschiebungen auf. Bei 200°C jedoch ist deutlich eine Abweichung von der Punktsymmetrie erkennbar, entsprechend der durch die bei dieser Temperatur auftretenden Auslenkungen der LR von der [100]-Achse, die zu Drehprozessen bei der Ummagnetisierung führen. Die Ursache sind die Spannungen, die in III B 3. a) (S. 23) vorausgesagt wurden, und die zu einer zu kleinen Kristallanisotropiekonstanten in IV 3. a) (S. 44) führten. Die [100] Kerr-Kurve bei 200°C (Abb. 36) entspricht qualitativ, abgesehen von der großen Hysterese, den Meßkurven von 34.2 und 31.6 % in den Abbildungen 34 und 35.

In der Abbildung 37 ist der Übergang von der noch leicht unsymmetrischen (bei 250°C) zur fast rechteckigen (bei 296°C) Kerr-Magnetisierungskurve erkennbar.

Offensichtlich ändern sich die [100]-Kerr-Kurven der 38.7 % Scheibe beim Erhöhen der Temperatur ähnlich wie die Kerr-Kurven bei Zimmertemperatur, wenn man zu niedrigen Ni-Konzentrationen übergeht.

Die [100]-Kerr-Kurven bei 325°C und darüber in Abb. 38, die ähnlich bei allen Proben nahe T_c auftraten, lassen die Ursache für die rechteckige Hysterese erkennen, wenn man bedenkt, daß $T_c = 320^\circ\text{C}$ nach den Volumenmessungen (Abb. 28 S. 51). Danach ist die Oberfläche offenbar eine dünne ferromagnetische Schicht, deren Curiepunkt deutlich über dem T_c des Volumens liegt.

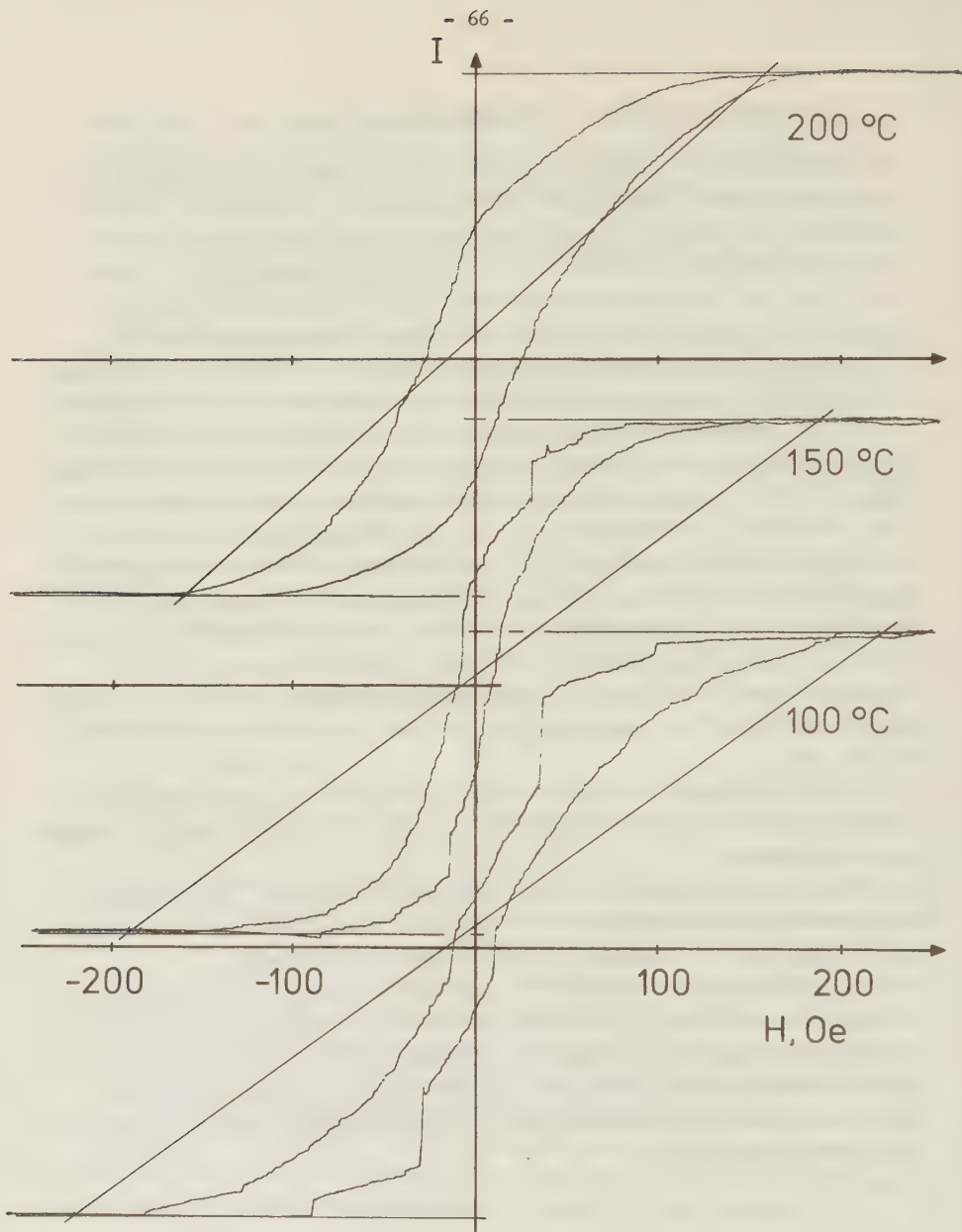


Abb. 36 Kerr-Magnetisierungskurven und "effektive Entmagnetisierungsgeraden" der 38.7 % Scheibe für $H \parallel [100]$ bei erhöhten Temperaturen

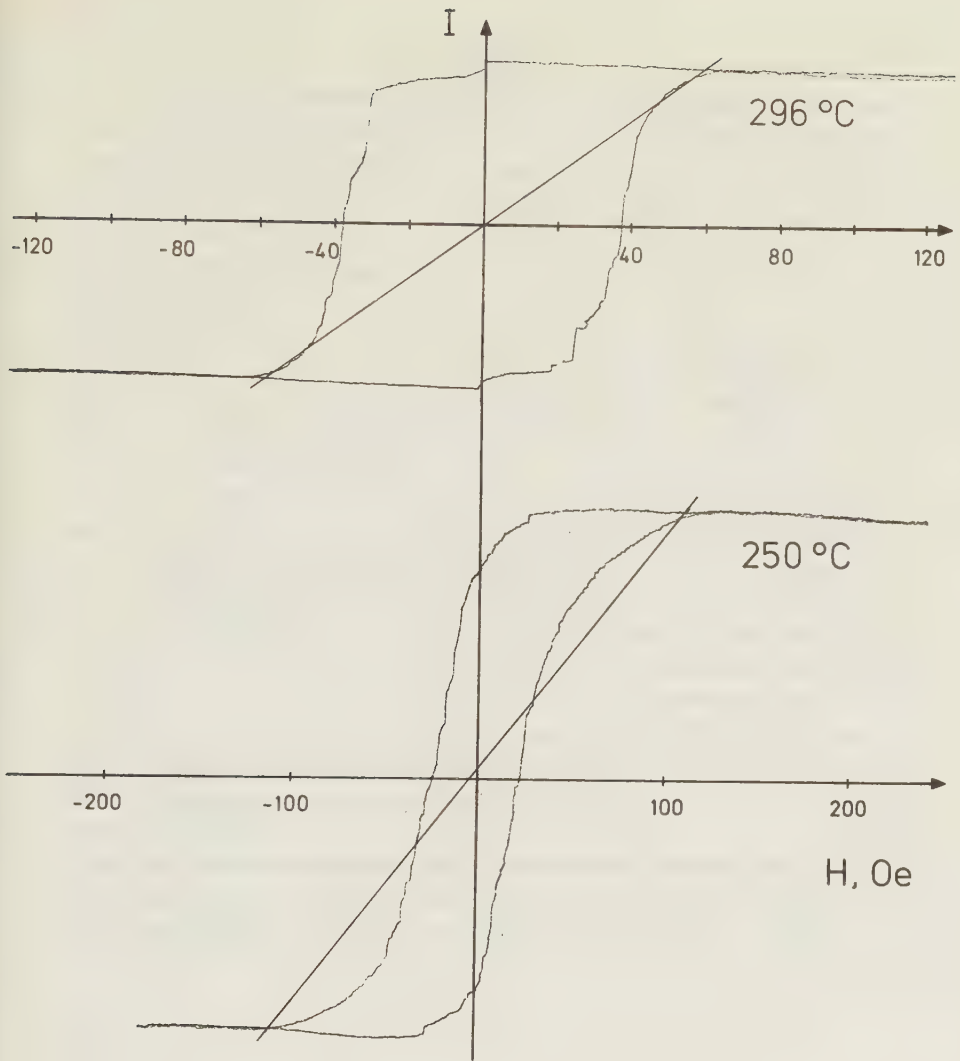


Abb. 37 Kerr-Magnetisierungskurven und "effektive Entmagnetisierungsgeraden" der 38.7 % Scheibe für $H \parallel [100]$ bei hohen Temperaturen

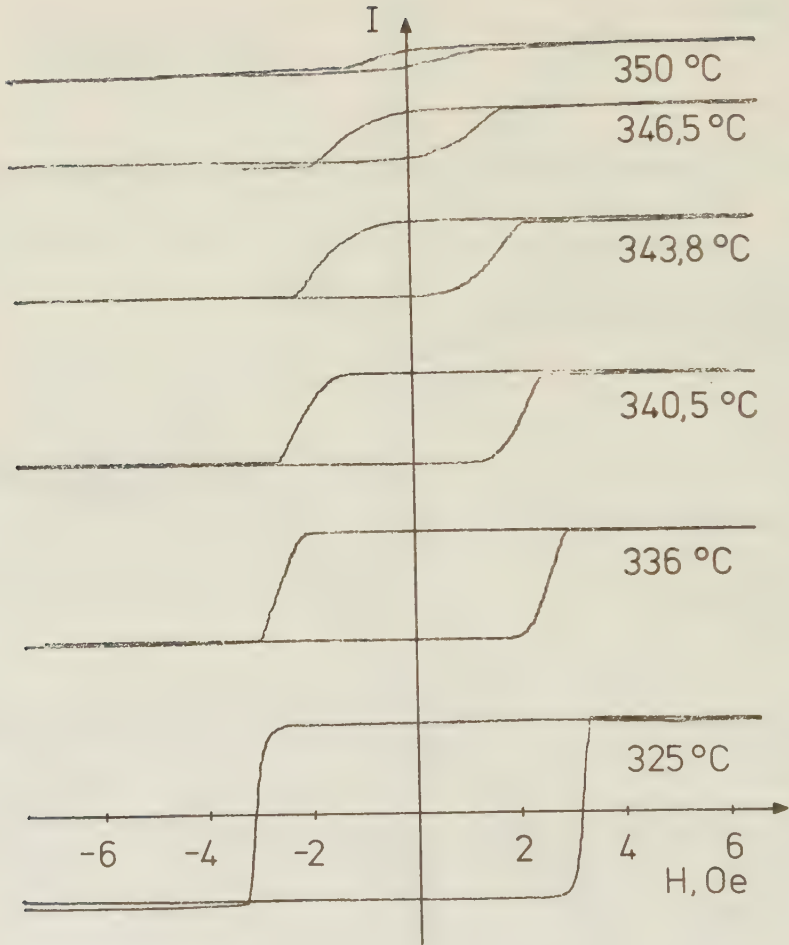


Abb. 38 Kerr-Magnetisierungskurven der 38.7 % Scheibe für H parallel $[100]$ nahe T_c

c) Auswirkung der Oberflächenanreicherung von Ni

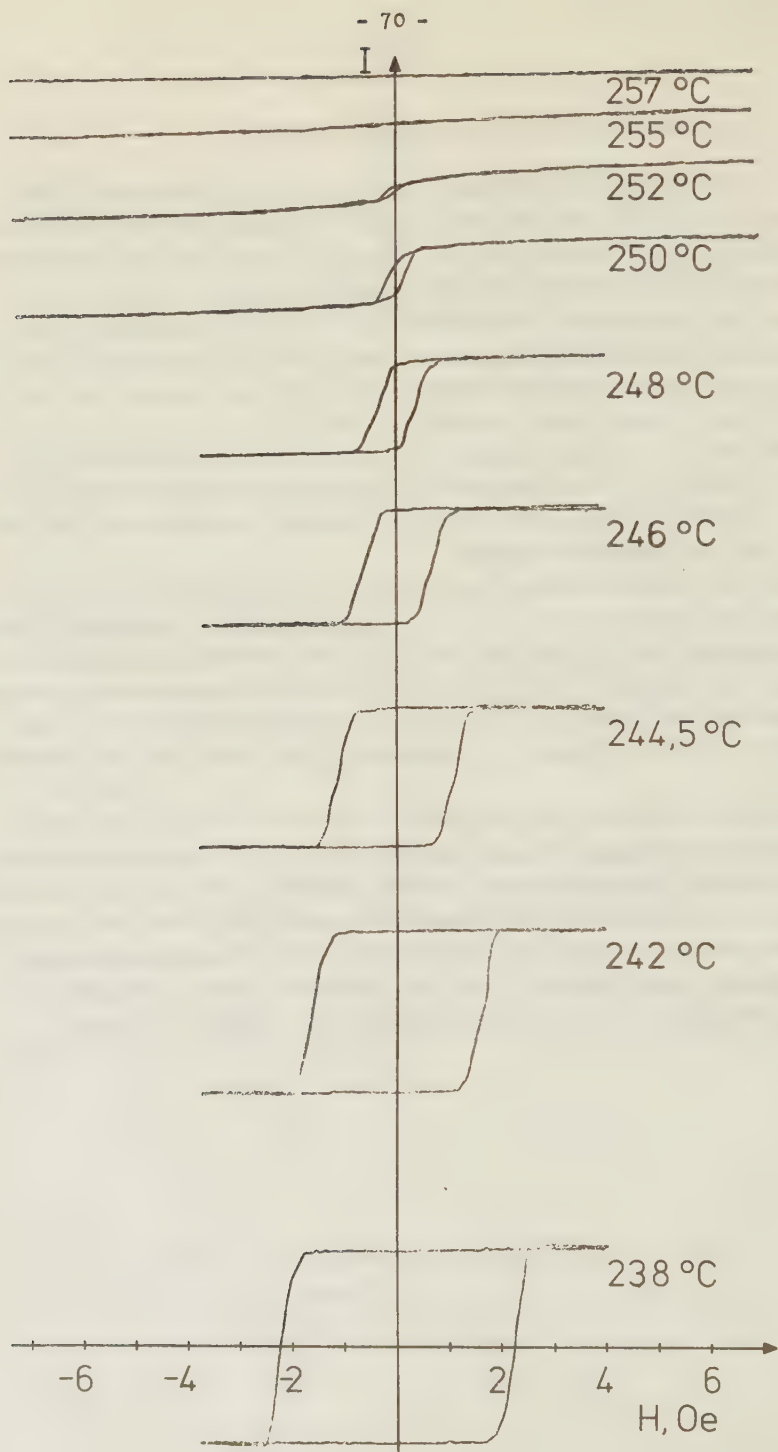
Im Vakuum treten beim Glühen erhebliche Ni-Anreicherungen an der Oberfläche auf⁶⁷⁾, und auch beim Glühen in Wasserstoff können Ni-Anreicherungen so groß werden, daß sie sich wie in IV 3. b) (S. 44) bei der Messung der Volumenmagnetisierung bemerkbar machen.

Da zur Kerr-Magnetisierungskurve nur ca. 10 nm der Probe, von der Oberfläche aus gemessen, beitragen, kann damit die Anreicherung der obersten Schichten mit Ni in unserem Fall sehr empfindlich bestimmt werden, denn T_c hängt stark vom Ni-Gehalt ab.

Für die 38.7 % Scheibe ergab sich damit eine Anreicherung von Ni um 1.5 %. Mit Hilfe der Röntgenfluoreszenzanalyse, deren Eindringtiefe 1μ beträgt⁹³⁾, konnte als Halbwertsdicke der angereicherten Schicht $d \approx 200$ nm abgeschätzt werden.

Aus den [100]-Kerr-Magnetisierungskurven der zweifach homogenisierten 34.1 % Scheibe nahe T_c (Abb. 39) ergab sich im Vergleich mit den Volumenmagnetisierungskurven (Abb. 27 S. 49) eine Ni-Anreicherung von ca. 2.0 %. Da in der Oberfläche kaum Konzentrationsgradienten auftreten, werden die Kerr-Kurven in diesem Fall gleichmäßig kleiner, ohne die Form wesentlich zu ändern, im Gegensatz zu den Kurven der 38.7 % Scheibe.

In Abb. 40 erkennt man am Beispiel der 29.0 % Scheibe, daß bereits unterhalb von T_c des Volumens die Hysterese der Kerr-Kurve wesentlich durch die mit Ni angereicherte Schicht bestimmt wird. Die Sättigungsfeldstärke wird jedoch über das entmagnetisierende Feld durch die Magnetisierung des Volumens festgelegt. Die fleckenartige Bereichsstruktur der Oberfläche (Abb. 31 unten S. 58) ist offenbar, sofern nicht idealisiert wird, weitgehend von der Domänenstruktur des Volumens entkoppelt.



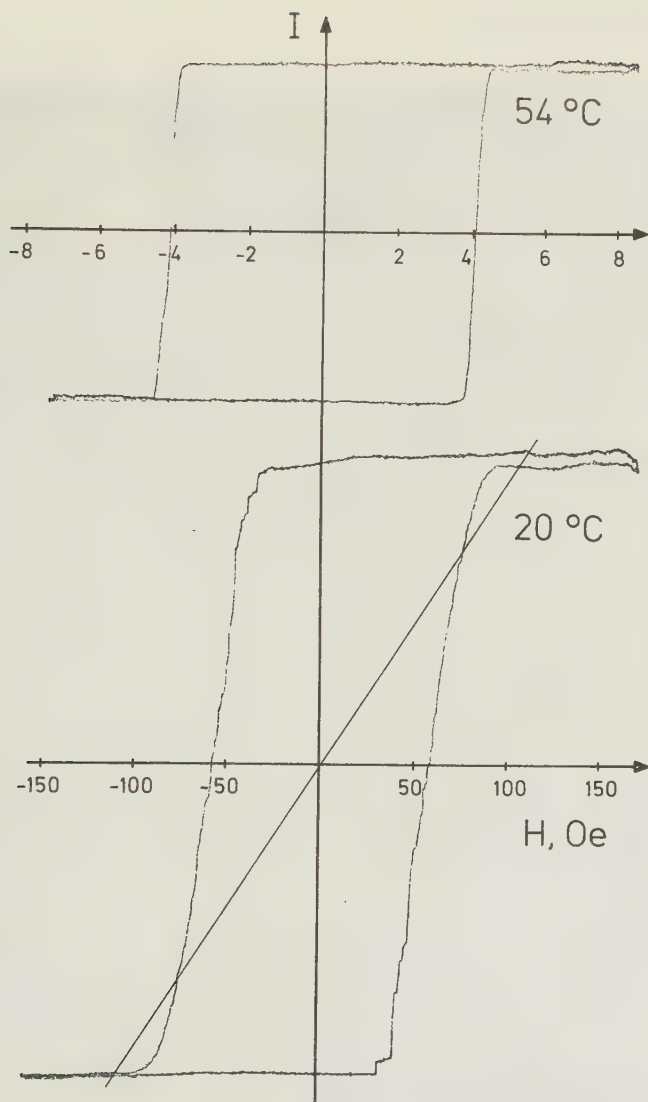


Abb. 40 Kerr-Magnetisierungskurven der 29.0 % Scheibe für $H \parallel [100]$ bei 20°C (mit "effektiver Entmagnetisierungsgeraden") und 54°C

Abb. 39 Kerr-Magnetisierungskurven der 34.1 % Scheibe nach der 2. Homogenisierung für $H \parallel [100]$ nahe T_c

d) Bereichsstrukturen

Ebenso wie die Kerr-Magnetisierungskurven zeigten auch die mit 30 Hz parallel zur [100]-Achse idealisierten Bereichsstrukturen der betrachteten Einkristalle im wesentlichen die gleiche Abhängigkeit von der Temperatur, wenn wieder von Feinheiten abgesehen wird. Als Beispiel dient abermals die 38.7 % Probe, deren Bereiche in einem Ausschnitt von ca. 5 mm im Durchmesser bei Temperaturen bis T_c in Abb. 41 und 42 abgebildet sind.

Entsprechend den Feststellungen in III B 3. a) (S. 23) wird die Bereichsstruktur bis 100°C kaum gestört, da nur geringe Spannungen auftreten. Bei 150°C bildet sich rechts oben ein Spannungsmuster I. Art aus⁷⁶⁾⁷⁸⁾, verursacht durch eine kleine annähernd homogene Kompressionsspannung, und die Balken werden leicht aus der Waagerechten herausgedreht (verursacht durch eine Dilatationsspannung). Schließlich bei 200°C ist, wie erwartet, die gesamte Bereichsstruktur durch Spannungen bestimmt. Die schrägen Domänen in der Mitte werden nach den Überlegungen in III B (S. 19 f.) erzeugt durch eine Dilatationsspannung, die auch zu einer Auslenkung der LR von der [100]-Achse führt, wie mit der [100]-Kerr-Magnetisierungskurve in Abb. 36 (S. 66) bestätigt wurde. Beim weiteren Erhöhen der Temperatur werden die Verspannungen im rechten oberen Gebiet wieder geringer, wodurch die Lamellenzone sich verkleinert. Schließlich ab ca. 300°C lösen sich die schrägen Bereiche in Fetzen auf, bis bei 325°C (oberhalb T_c des Volumens) nur noch die für dünne Schichten charakteristische Bereichsstruktur mit horizontalen Spitzen vorhanden ist. Zum Vergleich ist die Domänenstruktur einer ca. 500 Å dicken 50 % Ni-Fe-Schicht bei Zimmertemperatur abgebildet (Abb. 42 d).

Sehr deutlich ist der Übergang der durch das Volumen bestimmten Bereichsstruktur zu der einer dünnen Schicht an der 29.0 % Probe erkennbar (Abb. 43). Bei 17°C sind die Domänen durch Verspannungen der nicht homogenisierten Probe bestimmt und zeigen das von der 31.6 und der 31.5 % Probe her bekannte Muster. Bereits bei 19°C tritt eine Entkopplung einiger Bereiche an der Oberfläche von denen im Volumen ein, die

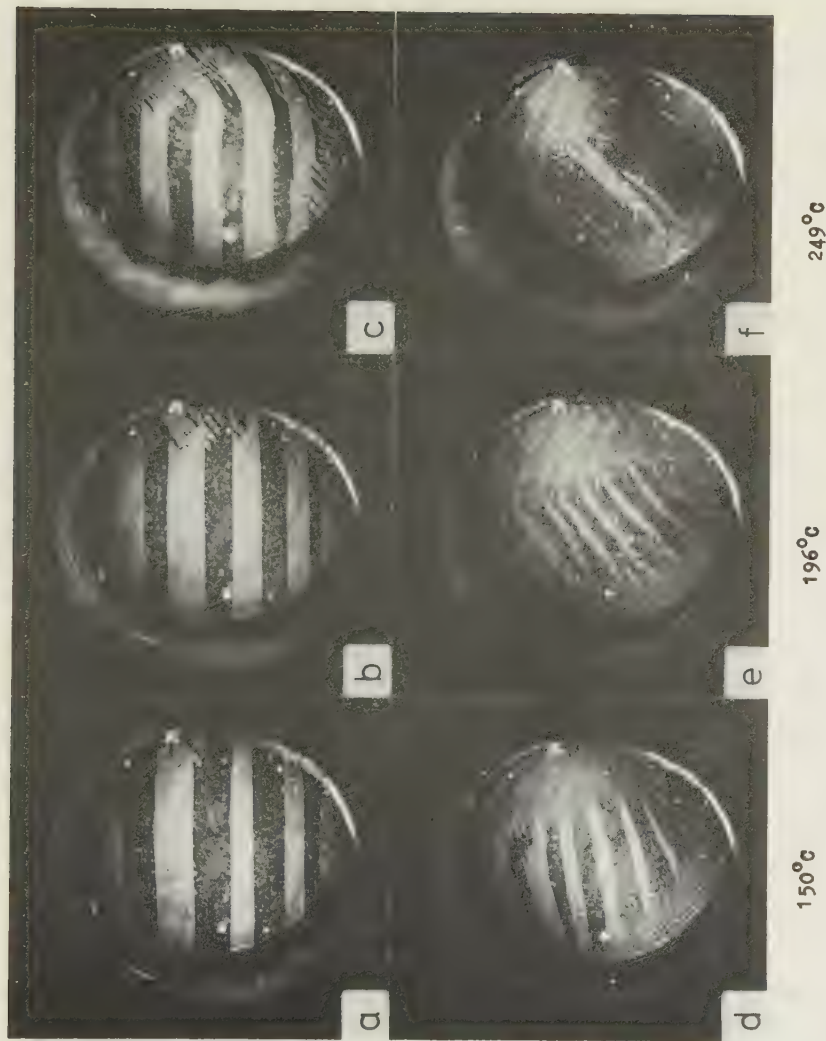


Abb. 41 Mittlere Ausschnitte (ca. 5 mm im Durchmesser) der Bereichsstrukturen der 38.7 % Scheibe bei verschiedenen Temperaturen

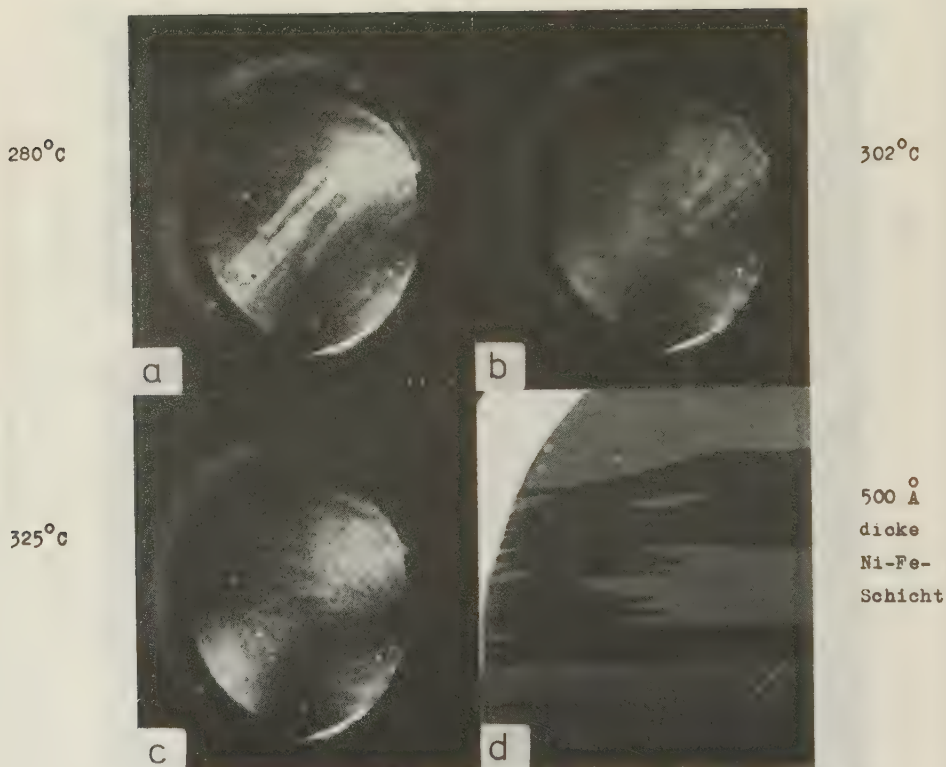


Abb. 42 a)-c) Bereichsstrukturen der 38.7 % Scheibe,
d) zum Vergleich die Bereichsstruktur einer ca.
500 Å dicken 50 % Ni-Fe-Schicht bei Zimmertemperatur

zu einer fetzenartigen Struktur führt, und die bei 30°C nahezu vollendet ist. Wegen der relativ großen magnetischen Inhomogenitäten durch die Konzentrationsunterschiede der Probe, die sich bei 40°C maximal bemerkbar machen, verhalten sich einige Gebiete der Oberfläche bei die-

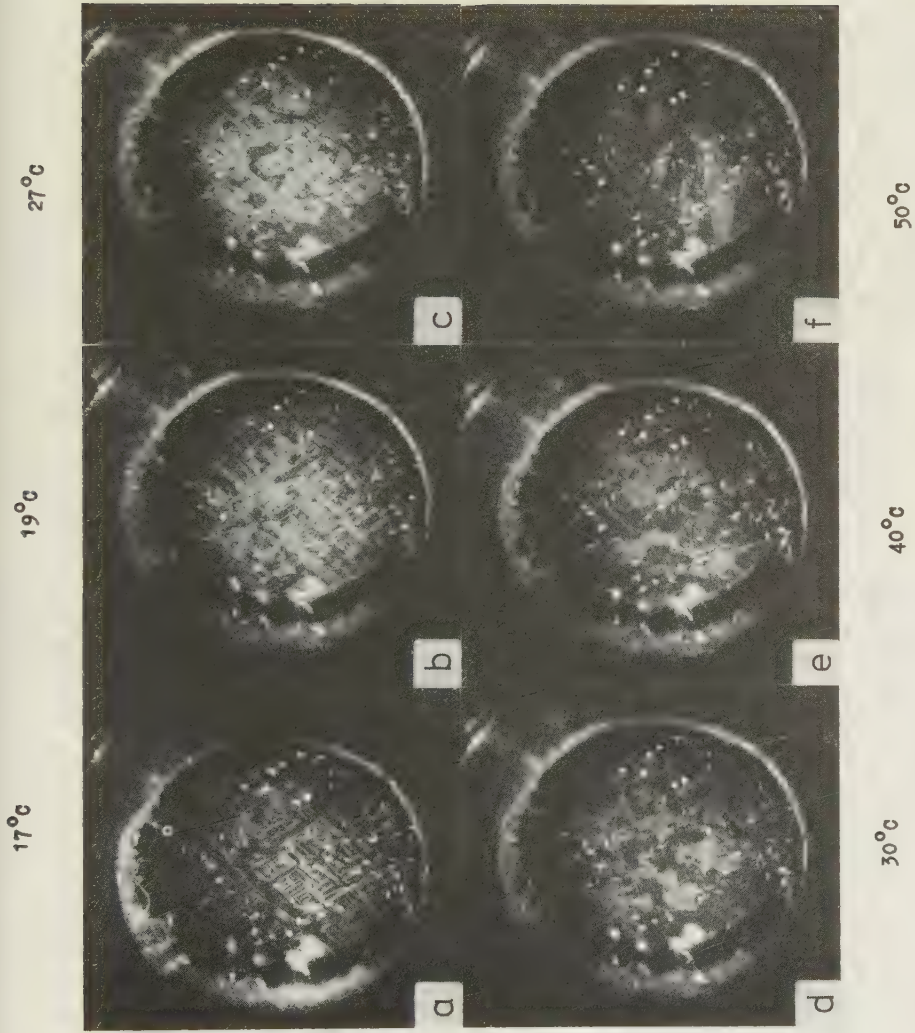
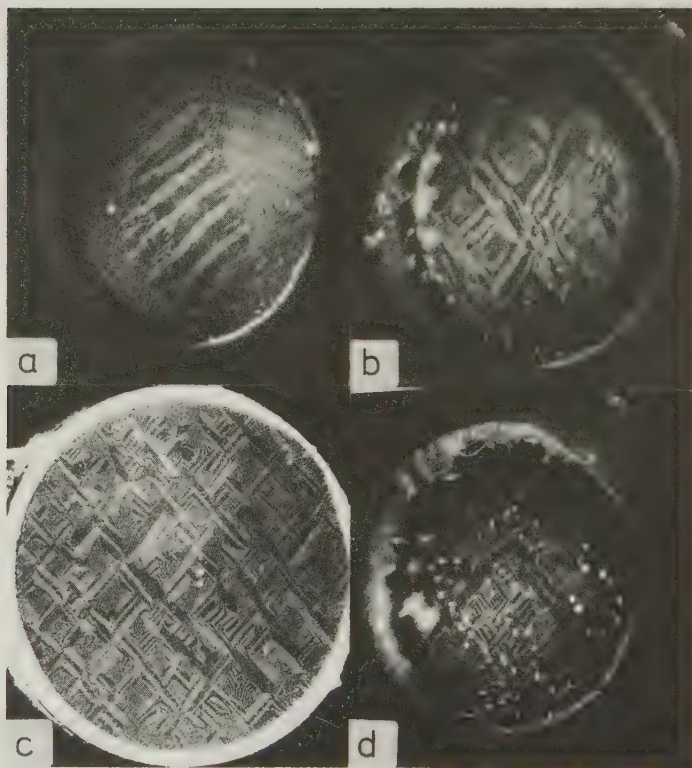


Abb. 43 Mittlere Ausschnitte (ca. 5 mm im Durchmesser) der Bereichsstruktur der 29.0 % Scheibe bei verschiedenen Temperaturen

38.7 %
196°C



34.2 %
100°C

31.5 %
25°C

29.0 %
17°C

Abb. 44 Ähnliche Bereichsstrukturen nicht homogenisierter Kristalle unterschiedlicher Zusammensetzung

ser Temperatur wie dünne ferromagnetische Schichten, während andere noch durch lokale hohe Magnetisierungen in der Probe bestimmt werden und "bubble"-Bereiche zeigen. Schließlich bei 50°C ist nur die Oberflächenschicht ferromagnetisch und hat daher die bekannten Spitzen-Domänen.

4. Diskussion der Bereichsstrukturen - Temperatur- und Konzentrations-Abhängigkeit

Die Kerr-Magnetisierungskurven und die Bereichsbilder zeigen die in den Vorbemerkungen erwartete Äquivalenz von Temperaturerhöhung und Verkleinerung der Ni-Konzentration am Beispiel der 38.7 - und der 29.0 % Probe. Mit weiteren Beispielen soll diese Äquivalenz noch näher erläutert werden. In Abb. 44 sind die Domänenstrukturen der vier untersuchten Ni-Konzentrationen bei jeweils entsprechender Temperatur zusammengestellt.

Die 29.0 % Probe hat bei 17°C die durch lokale Dilatations- und Kompressionsspannungen bestimmte gleiche Struktur wie die 31.5 % Scheibe bei ca. 25°C.

Wegen der kleinen Kristallanisotropieenergie der 34.2 % Probe bei 100°C reicht die jeweils lokale Dilatationsspannung bei dieser Temperatur aus, um die Rautenstruktur einzustellen. Da bei 100°C die Spannungen etwas kleiner als bei Zimmertemperatur sind (S. 23 f.), zeigen die Lamellengebiete ein etwas einfacheres und gröberes Muster und sind etwas reduziert. Damit ist, bis auf den Maßstab, auch diese Bereichsstruktur derjenigen der 31.5% Probe sehr ähnlich.

Die Konzentrationsinhomogenitäten des 38.7 % Einkristalls sind so weit ausgedehnt, daß sich das Rauten-Muster nicht ausbilden kann, da praktisch nur ein Dilatations- und zwei Kompressionsgebiete existieren. Doch die Hauptmerkmale, schräge Bereiche und Lamellengebiete sind auch hier vorhanden.

Durch Homogenisierung läßt sich, wie Abbildung 45 zeigt, die Rautenstruktur über das Ausgleichen der Konzentrationsgradienten erheblich vergrößern. Um die Spannungen in allen Invar-Kristallen ganz abzubauen und die ideale Domänenstruktur der 38.7 % Scheibe bei Zimmertemperatur (Abb. 7 S. 15) einzustellen, bedarf es jedoch einer mindestens um den Faktor 10 erhöhten Temperzeit und erheblich verbesserter Glühbedingungen. Denn die Bereichsstruktur der Ni-Fe-Invar-Legierungen wird offensichtlich (mehr als jede andere Größe) bereits von geringsten Spannungen gestört.

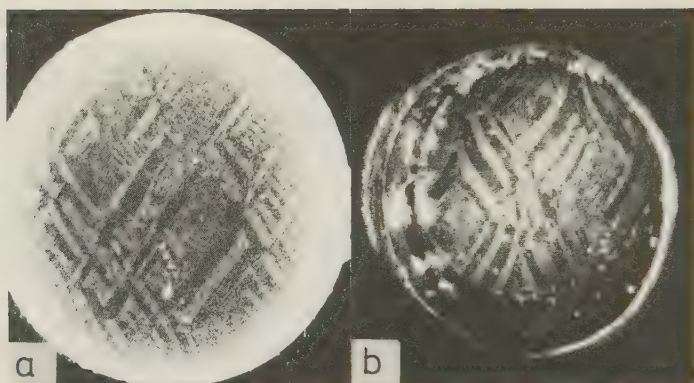


Abb. 45 Ähnliche Bereichsstrukturen homogenisierter Kristalle
a) 31.6 % bei 25°C, b) 34.1 % bei 97°C

VI MAGNETISCHE HfS-AUFSPALTUNG (MÖSSBAUER-EFFEKT)*)

1. Magnetische Eigenschaften der Mössbauer-Proben

Um sicherzustellen, daß Mössbauer-Proben gleiche magnetische Eigenschaften haben wie ursprüngliche Einkristalle, wurde die Volumenmagnetisierung gemessen und Bereichsbeobachtungen durchgeführt. Die Magnetisierungsmessungen ergaben im Rahmen der Meßgenauigkeit Übereinstimmung.

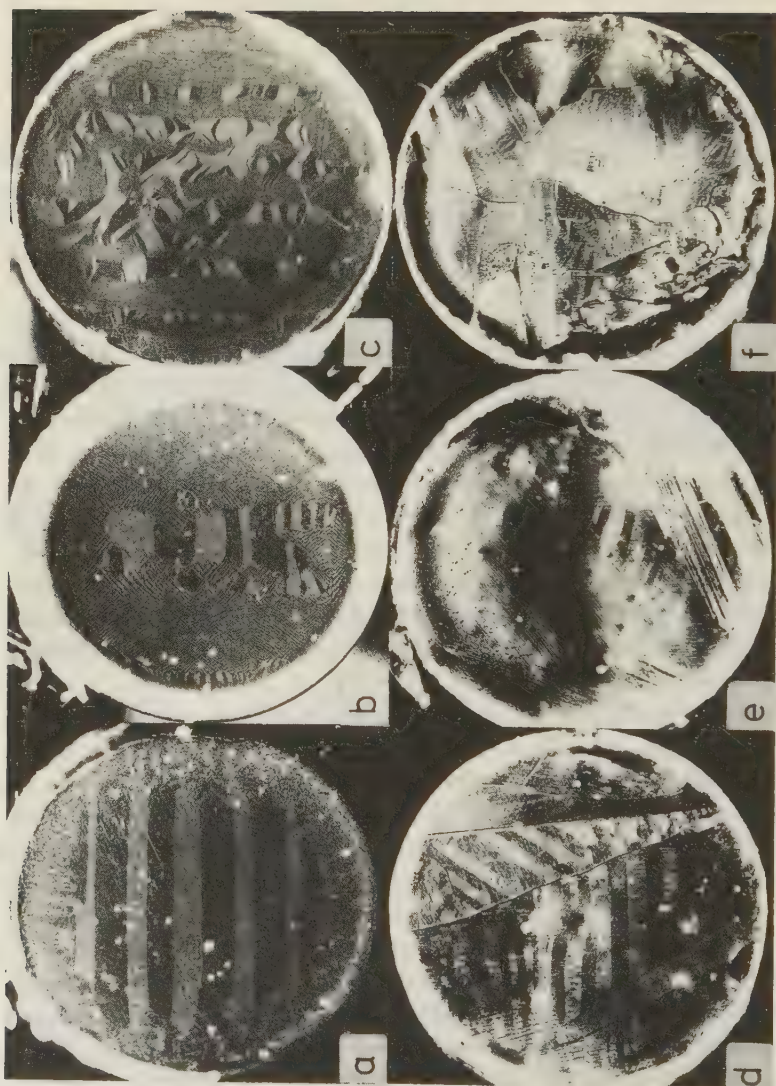
Die Abbildungen 46 und 47 zeigen Bereichsstrukturen nach Entmagnetisierung mit 50 Hz der für die Mössbauer-Messungen benutzten Proben. In der oberen Reihe sind jeweils die Einkristalle vor dem Abschleifen auf ca. 30 - 40 μ und darunter die daraus präparierten dünnen Scheiben abgebildet. Wie nach den Erkenntnissen aus Abschnitt III (S. 14 ff.) zu erwarten, weist 38.9 % auch nach dem Dünnschliff eine einfache Bereichsstruktur auf (Abb. 46 a,d), während bei 33.7 % (Abb. 46 b,e) die bei der Homogenisierung entstandene Silizierung des Randes zu einem Spannungsmuster führt, das bei der dünnen Probe so fein ist, daß es nicht mehr aufgelöst werden kann. Nur in einem kleinen mittleren Gebiet sind größere Bereiche erkennbar. Bei den Mössbauer-Messungen wurde nur die Mitte der Probe durchstrahlt.

Die Bereichsstruktur des Einkristalls mit 34.2 %, der nicht homogenisiert war (Abb. 46), ähnelt der in Abb. 8 (S. 16) gezeigten. Die Spannungsmuster in den Lamellenzonen sind jedoch so fein, daß sie nicht aufgelöst werden können. In der dünn geschliffenen und nach der erneuten Glühung (kurz) vorwiegend in (100) umkristallisierten Probe können sich die Spannungen etwas ausgleichen. Daher sind, soweit erkennbar, keine Lamellengebiete, aber auch kaum größere Bereiche vorhanden.

Die Bereichsstruktur der Mössbauer-Probe aus 31.5 % (Abb. 47 c) ist derjenigen des homogenisierten Kristalls in Abb. 20b ähnlich, soweit der schwache Kontrast und die unebene Oberfläche dieses erkennen läßt. Dagegen war die Domänenkonfiguration vor dem Abschleifen (Abb. 47 a) noch wesentlich durch die Spannung des silizierten Randes mitbestimmt.

Auf der nahezu vielkristallinen Mössbauer-Probe aus 29.2 % (Abb. 47 d) konnten keine Bereiche mehr beobachtet werden, da der Kontrast wegen des hellen Untergrundes nicht ausreichte.

*) Die Mössbauer-Spektren wurden von Thielemann und Kranz im Institut für angewandte Physik der Universität Düsseldorf gemessen.



vor dem
Abschleifen

nach dem
Abschleifen

38.9 %

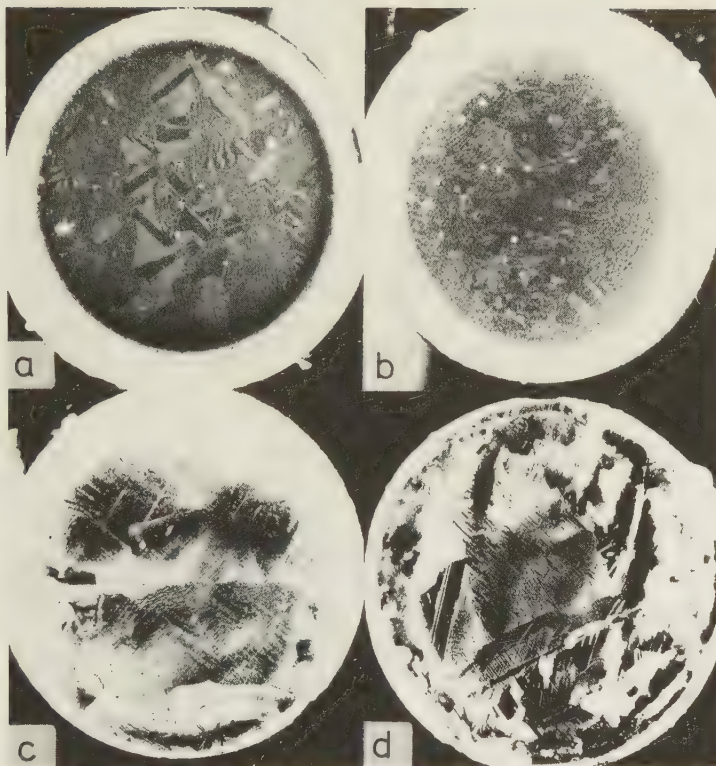
33.7 %

(200 h bei 1250°C homogenisiert)

34.2 %

Abb. 46 Mössbauer-Proben vor bzw. nach dem Abschleifen

vor dem
Abschleifen



31.5 %

29.2 %

Abb. 47 Mössbauer-Proben (200 h bei 1250°C homogenisiert) vor bzw. nach dem Abschleifen

2. Mössbauer-Spektren

Die Hyperfeinstruktur des Grundzustandes und des um 14.4 keV höher liegenden angeregten Zustandes von ^{57}Fe ergeben bei einem Magnetfeld am Kernort sechs Absorptionslinien statt einer bei einer paramagnetischen Substanz. Der Abstand der Linien ist proportional zum Magnetfeld B_n am Kern und damit, da im Invargebiet genügend ^{57}Fe -Atome vorhanden sind, ein Maß für das Magnetfeld an den Fe-Kernen⁽⁹⁴⁾.

Abb. 48 Mössbauer-Spektren der in Abb. 46d, 47c und 47d abgebildeten Proben (S. 82)

Absorption, %

N = 292 260

38.9 at.-% Ni

N = 452 386

31.5 at.-% Ni

N = 62 368

29.2 at.-% Ni

10

10

20

-10

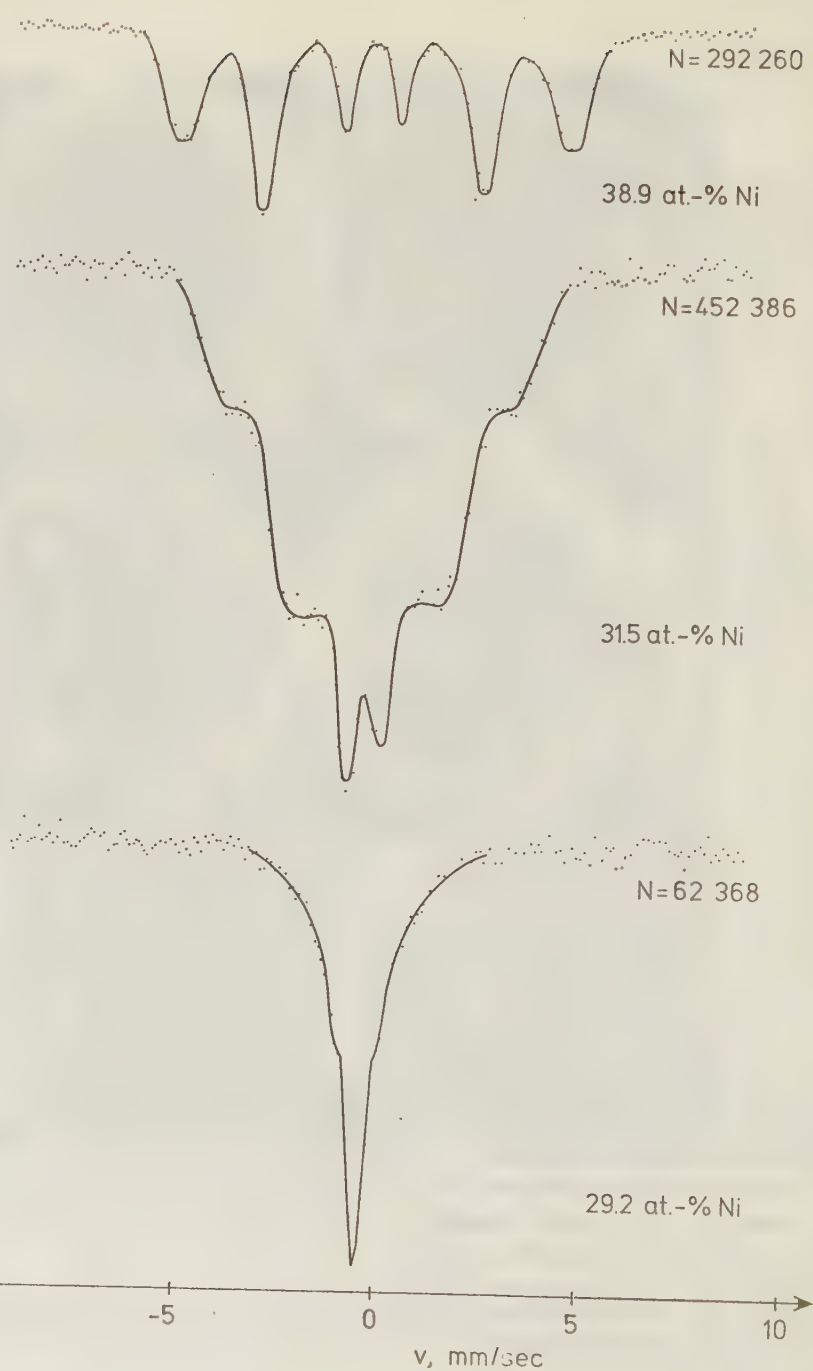
-5

0

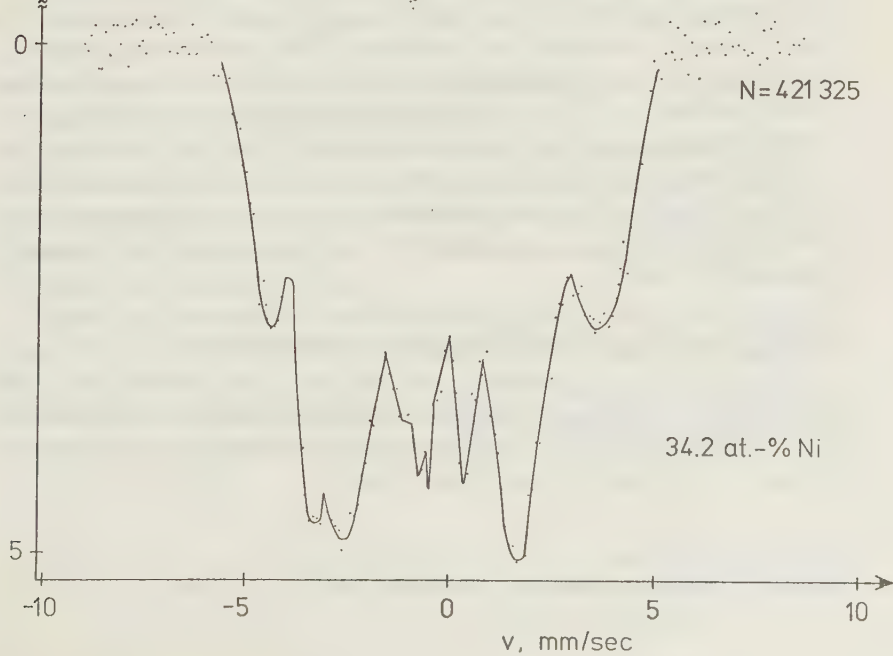
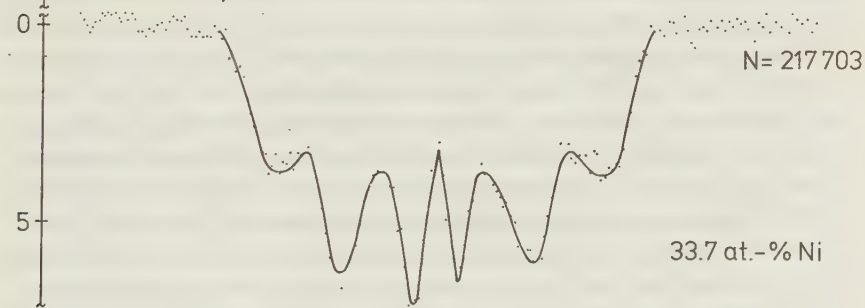
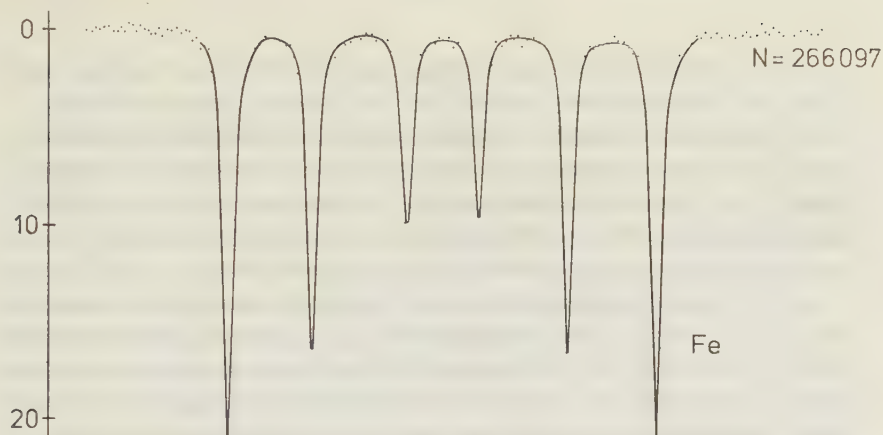
5

10

ν , mm/sec



Absorption, %



Die Resonanzabsorptionsspektren der Proben mit 38.9, 31.5 und 29.2 % (Abb. 48) bestätigen das bereits 1963 von Johnson, Ridout und Cranshaw⁹⁴⁾ gemessene schnelle Absinken der Hyperfeinstrukturaufspaltung mit der Ni-Konzentration bei 30 %. Für 38.9 % ergab sich die vom Fe-Spektrum⁹⁵⁾ her bekannte Aufspaltung in 6 Linien, die bei 31.5 % noch und bei 29.2 % nicht mehr zu erkennen ist. Bei 29.2 % tritt lediglich eine geringe Ausbuchtung der "paramagnetischen" Linie auf.

In Abb. 49 ist das Spektrum einer Eisenfolie denen der homogenisierten 33.7 % und der nicht homogenisierten 34.2 % Probe gegenübergestellt. Deutlich erkennbar ist die Unsymmetrie des letzten Spektrums, die im wesentlichen durch die Spannungen in der Probe verursacht wird, wahrscheinlich über eine unterschiedliche "Isomerieverschiebung" der verschiedenen verspannten Gebiete.

Die starke Linienverbreiterung wird neben der makroskopischen Konzentrationsschwankung noch durch die um den jeweiligen Fe-Kern herrschende statistische Verteilung der Ni- und Fe-Atome erzeugt, denn diese Abweichung von der Periodizität des Gitters stört die Bandstruktur und damit die Zahl der Bohrschen Magnetonen pro Atom. In geordneten Legierungen treten nur geringe Linienverbreiterungen auf⁹⁴⁾.

Aus der beobachteten Bereichsstruktur folgt, daß in der 38.9 % Probe die Magnetisierung parallel zur Oberfläche, also senkrecht zur Durchstrahlungsrichtung liegt. Die Intensitätsverteilung des zugehörigen Spektrums (Abb. 48) entspricht der von Wegener⁹⁶⁾ für diesen Fall angegebenen Gesetzmäßigkeit. Die polykristalline Fe-Folie hat dagegen nach der Intensitätsverteilung (Abb. 49) eine annähernd statistisch verteilte Ausrichtung der Magnetisierung der einzelnen Bereiche⁹⁶⁾.

Da die Größe der Aufspaltung direkt proportional dem Magnetfeld am Kern ist, lassen sich aus den Abbildungen 48 und 49 die Kernmagnetfelder B_n ermitteln (Tabelle 1), wenn der Wert für Fe mit-330 kG als bekannt⁹⁵⁾ vorausgesetzt wird.

Tabelle 1: Aus Abb. 48 und 49 ermittelte Kernmagnetfelder

at.-% Ni	38.9	34.2	33.7	31.5	29.2
$-B_n$, kG	300	ca. 225	220	150	≤ 15

Abb. 49 Mössbauer-Spektren von Fe und der in Abb. 46e und 46f (S. 83) abgebildeten Proben

3. Diskussion der HfS-Aufspaltung

Die Mössbauer-Messungen zeigen, daß die Hyperfeinstrukturaufspaltung bei 29 % gegen Null geht, obwohl die spontane Magnetisierung bei der gleichen Temperatur noch ca. 250 Gauß beträgt, wie die in Abschnitt IV (S. 50) dargestellten Messungen zeigen. Auch die dünn geschliffenen Proben hatten im Rahmen der Meßgenauigkeit die spontane Magnetisierung der kompakten Einkristallscheibe. Die Bereichsbeobachtungen ergaben keinen Hinweis auf para- oder antiferromagnetische Gebiete. Es ist sichergestellt, daß sogar 29 % ferromagnetisch ist, aber keine magnetische HfS-Aufspaltung aufweist.

Um diesen scheinbaren Widerspruch zu klären, ist es notwendig, die Beiträge zum Magnetfeld am Kern zu betrachten. Bei Fe ist das Kernmagnetfeld dem äußeren Magnetfeld entgegengesetzt gerichtet und beträgt⁹⁵⁾ $B_K = -330$ kG. Nach Watson und Freeman⁹⁷⁾ und Wegener⁹⁶⁾ setzt sich das Kernmagnetfeld aus vier Anteilen zusammen:

1. dem Magnetfeld der ungepaarten 3d-Elektronen (ca. +50 kG),
2. dem Magnetfeld der teilweise durch Austauschwechselwirkung mit den 3d-Elektronen polarisierten 4s-Elektronen (ca. +90 kG),
3. dem Magnetfeld der durch Austauschwechselwirkung mit den 3d-Elektronen polarisierten Rumpfelektronen, der "Core-Polarisation" (ca. -470 kG, hauptsächlich durch die 2s-Elektronen⁹⁷⁾) und
4. dem magnetischen Dipolmoment der Nachbaratome, das bei kubischer Symmetrie vernachlässigt werden kann.

Den Hauptteil des Kernmagnetfeldes liefert die "Core-Polarisation". Dies gilt sicher auch für die Invar-Legierungen. Hier wird jedoch wegen der statistisch verteilten Ni- und Fe-Kerne das magnetische Dipolmoment der Nachbaratome eine Linienverbreiterung erzeugen, die nicht zu vernachlässigen ist.

Watson und Freeman⁹⁷⁾ berechneten den Einfluß der "Core-Polarisation" des freien Fe-Ions und erhielten mit -300 kG einen zu kleinen Wert. Sie stellten fest, daß die "Core-Polarisation" empfindlich vom Radius der 3d-Elektronen abhängt und dessen Vergrößerung um 6 % den richtigen Wert liefert. Im Kristall stellt sich auch tatsächlich ein

größerer effektiver "Radius" der 3d-Elektronen ein^{34) 97)98)}, womit der für Eisen gemessene Wert erklärt werden kann.

Es sei vorausgesetzt, was im nächsten Abschnitt (VII S. 87 f.) näher begründet wird, daß im Invar-Gebiet der Kristall gegenüber einem in VII definierten "Ideal-Kristall" eine kleinere Gitterkonstante hat. Die "Kompression" wird verursacht durch die interatomaren Potentiale, die auch die martensitische Umwandlung bei niedriger Ni-Konzentration hervorrufen⁴⁾. Kompression führt, wie in mehreren Arbeiten berechnet^{55) 56)99)-101)}, über die Energieverbreiterung der 3d-Teilbänder zu einer Abnahme der ungepaarten 3d-Elektronen. Mit dem damit verursachten Absinken der spontanen Magnetisierung sinkt auch das Magnetfeld am Kern, da es direkt oder indirekt durch die Zahl der Bohrschen Magnetonen bestimmt wird. Nimmt man an, daß durch die Kompression des Gitters auch der effektive 3d-Radius verkleinert wird, so erhält man nach Watson und Freemann⁹⁷⁾ ein Kernmagnetfeld, das noch schneller gegen Null geht als die spontane Magnetisierung. Verschwindendes Kernmagnetfeld bedeutet nicht gleichzeitig eine Aufhebung der ferromagnetischen Koppelung.

Die Messungen von Johnson, Ridout und Cranshaw⁹⁴⁾, die feststellen, daß das Kernmagnetfeld von ⁵⁷Fe bei höheren Ni-Konzentrationen sich erheblich weniger ändert als die Magnetisierung, legen noch eine andere Deutung nahe. Danach sind die 3d-Elektronen der Fe- bzw. Ni-Atome vorwiegend lokalisiert, was auch den theoretischen Ansätzen⁹⁷⁾⁻¹⁰⁶⁾ mit der linearen Kombination von Atom-Zuständen (tight binding) entspricht. Durch die Kompression kann daher die Zahl der Bohrschen Magnetonen pro Fe-Atom sich schneller vermindern als pro Ni-Atom, wodurch ebenfalls das Kernmagnetfeld an Fe schneller abnimmt als die spontane Magnetisierung des Kristalls.

Beide Erklärungen sind geeignet, den von Tino und Maeda²⁸⁾ gefundenen Effekt, daß ein äußeres Magnetfeld bei 30 % zu einer Vergrößerung der magnetischen Hyperfeinstrukturaufspaltung führt, zu verstehen. Bei der betreffenden Zusammensetzung hat die Volumenmagnetostriktion einen Wert von $\partial\omega / \partial H = 3 \cdot 10^{-8} \text{ Oe}^{-1}$ ²⁸⁾, wodurch das Gitter durch ein äußeres Magnetfeld deutlich erweitert wird, was nach beiden obigen Vorstellungen zu einer Erhöhung des Magnetfeldes am Fe-Kern führt.

VII ÜBERSICHT ÜBER DIE MESSERGEBNISSE UND FOLGERUNGEN DARAUSS

In der Tabelle 2 sind die gemessenen charakteristischen Werte mit den abgeschätzten Fehlern der Kristallanisotropiekonstanten K_1 , der Curietemperatur T_c , der spontanen Magnetisierung bei Raumtemperatur $M(0, T_r)$ und des mit dem Mössbauer-Effekt bei ca. 20°C gemessenen Magnetfeldes am Ort der Fe-Kerne B_n für untersuchte Ni-Fe-Invar-Einkristallscheiben zusammengestellt. Die Meßwerte der spontanen Magnetisierung der Proben mit 31.5 und 29.2 % sind zu klein, da deren Rand stark siliziert war (siehe S. 32 f. und Abb. 47 S. 81), was quantitativ nicht berücksichtigt werden konnte.

Die Abhängigkeit der spontanen Magnetisierung $M(0, T)$ sowie der Kri-

Tabelle 2: Zusammenstellung der wichtigsten Meßergebnisse

at.-% Ni	wt.-% Ni	$K_1, 10^3 \frac{\text{erg}}{\text{cm}^3}$	$T_c, ^\circ\text{C}$	$M(0, T_r), \text{kg}$	$-\frac{B_n}{4\pi}, \text{kg}$	homogenisiert
38.7	39.9	9.5 ± 0.9	320	1.19	-	-
38.9	40.1	8.8 ± 0.9	320	1.195	23.6	-
34.2	35.3	-	215	0.956	-	-
34.1	35.2	5.5 ± 0.6	214	0.960	-	++
33.7	34.8	-	200	0.927	17.5	+
34.2	35.3	-	-	-	17.9	-
31.6	32.7	3.0 ± 0.6	146	0.700	-	+
31.5	32.6	-	140	> 0.660	12.0	+
29.0	30.0	0.3 ± 0.15	52	0.260	-	+
29.2	30.2	-	54	> 0.234	≤ 1.1	+
± 0.2	± 0.2		± 3	$\pm 3\%$	± 1.0	

stallanisotropiekonstanten K_1 von der Temperatur ist für homogenisierte Invar-Kristalle (IV 3. S. 44 f.) die eines typischen Ferromagneten. Die Volumenmagnetisierungskurven haben im Rahmen der Meßgenauigkeit keine Hysterese ($H_c < 1$ Oe). Auch die Bereichsstruktur gibt keinen Hinweis auf antiferro- oder paramagnetisches Verhalten. Sie läßt sich mit der Energiebilanz⁷³⁾ und den Regeln von Hubert⁷⁸⁾⁷⁹⁾ für die Domänenkonfiguration von Ferromagneten praktisch vollständig deuten.

Die Bereichsstrukturen der Invar-Kristalle werden wesentlich von lokalen Verspannungen bestimmt, die durch Inhomogenitäten der Zusammensetzung hervorgerufen werden. Wegen der Variation von $M(0,T)$ und K_1 mit der Temperatur kann durch entsprechende Einstellung der Beobachtungstemperatur in allen untersuchten Proben (29.0 - 38.7 %) eine ähnliche Bereichsstruktur eingestellt werden. Außerdem läßt sich mit Hilfe der Temperaturvariation der Einfluß der Oberflächenanreicherung von Ni, verursacht durch die kaum vermeidbare teilweise Entmischung beim Rekristallisieren der Oberflächenschichten, erkennen.

Alle Beobachtungen der makroskopischen magnetischen Eigenschaften lassen die untersuchten Invar-Kristalle als typische Ferromagneten erscheinen, während die Mössbauer-Messungen ergaben, daß bei 29 % keine Hyperfeinstrukturaufspaltung mehr stattfindet, also das Magnetfeld am Fe-Kern verschwindet.

Abb. 50 zeigt, daß das Magnetfeld am Fe-Kern schneller gegen Null geht als die spontane Magnetisierung. Dieser Effekt wurde bereits in VI 3. (S. 35) erklärt mit Hilfe der Annahme, daß im Invar-Gebiet eine Verkleinerung der Gitterkonstanten gegenüber einem idealen Gitter stattfindet. Die Annahme soll jetzt näher begründet werden. Dabei wird sich zeigen, daß nahezu alle Invar-Effekte mit dieser Modellvorstellung leicht verständlich werden.

Shiga¹⁰⁷⁾ stellt in einer neueren Arbeit fest, daß sich der Verlauf der nach 0 K extrapolierten Gitterkonstanten der kfz Ni-Fe-Legierungen durch einen zur spontanen Magnetisierung $M(0,0)$ linearen Term beschreiben läßt. Dies ist qualitativ auch an der in Abb. 50 widergegebenen spontanen Magnetisierung $M(0,0)$ nach den Messungen von Crangle und Hallam⁵⁾ und der Gitterkonstanten für 0 K a_{f0} , extrapoliert nach den Werten von Owen, Yates und Sully¹⁰⁸⁾ und Tanji⁴⁾, zu erkennen. Bei Tem-

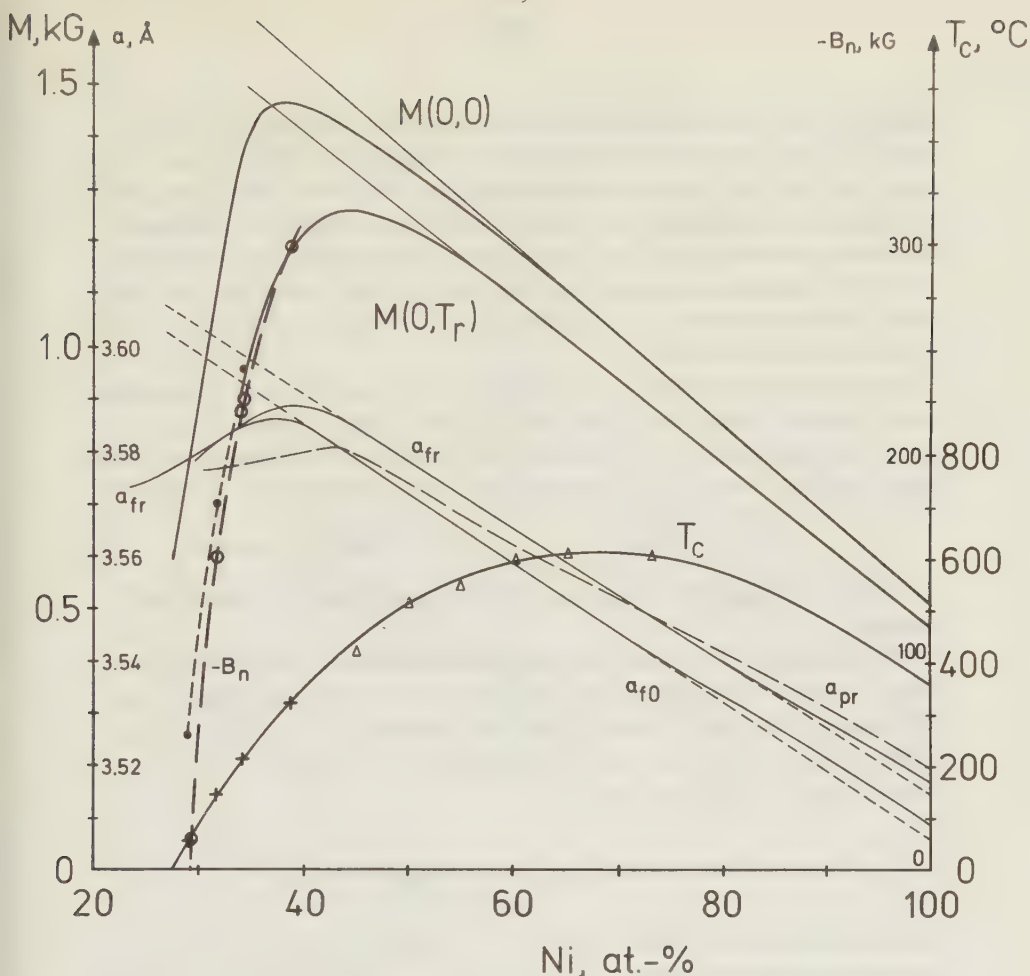


Abb. 50 Übersichtsdiagramm mit

- $M(0,0)$ — : = spontane Magnetisierung bei 0 K (nach⁵⁾)
 $M(0,T_f)$ — : = spontane Magnetisierung bei Raumtemperatur (nach⁸⁷⁾)
 $M(0,T_f^r)$ • : = eigene Messungen
 T_C — : = Curietemperatur (nach⁵⁾ und ⁶⁾)
 T_C^c + : = eigene Messungen
 T_C^c Δ : = eigene Rechnungen
 B_n ○ : = Kernmagnetfeld aus Mössbauer-Messungen
 a_{fr} — : = ferromagnetischer Gitterparameter bei Zimmertemperatur (nach¹⁰⁸⁾)
 a_{pr} - - : = paramagnetischer Gitterparameter bei Zimmertemperatur berechnet mit den paramagnetischen Ausdehnungskoeffizienten und den Gitterkonstanten nach⁴⁾ und ¹⁰⁸⁾
 a_{f0} — : = ferromagnetischer Gitterparameter bei 0 K berechnet mit Werten nach⁴⁾ und ¹⁰⁸⁾

peraturen über dem Curiepunkt existiert nach der Argumentation von Shiga¹⁰⁷⁾ ein "latenter Ferromagnetismus", der die Gitterkonstante mitbestimmt. Daß ein enger Zusammenhang zwischen Gitterkonstante und Magnetisierung bestehen muß, ist schon an der lange bekannten spontanen Volumenmagnetostriktion²⁾ zu erkennen. Doch es erscheint eher sinnvoll, die Gitterkonstante als unabhängigen Parameter zu betrachten, der die Magnetisierung bestimmt, die rückwirkend nur zu einer Störung des Gitterabstandes führen kann.

Es wird nun ein idealer Gitterparameter a_1 damit definiert, daß bei diesem Abstand sich jeweils die ideale spontane Magnetisierung entsprechend der Tangenten an die Kurve bei hohen Ni-Konzentrationen (Abb. 50) einstellt. Für a_1 soll zum Beispiel für Raumtemperatur gelten:

$$a_{ir} = a + b \cdot M_1(0, T_r) \quad a \text{ und } b \text{ sind Konstanten}$$

in Übereinstimmung mit der in Abb. 50 eingezeichneten gestrichelten Geraden.

Die Tangente an die spontane Magnetisierung $M(0,0)$ entspricht der idealen Slater¹⁰⁹⁾-Geraden, nach der die Zahl der Bohrschen Magnetonen pro Atom n_B durch die Löcher im 3d-Band bestimmt ist. Die gezeichnete Gerade ergibt sich, wenn man für die Eisenatome $n_{BFe} = 2.8$ und die Ni-Atome $n_{BNi} = 0.6$ setzt zu

$$M_1(0,0) = N(1 - c_{Ni}) \cdot 2.8 + c_{Ni} \cdot 0.6 \cdot \mu_B$$

wobei N die Zahl der Atome pro cm^3 , c_{Ni} die Ni-Konzentration und μ_B das Bohrsche Magneton ist.

Im Rahmen des Bandmodells nach Stoner¹¹⁰⁾ wird, wie in Abb. 51 skizziert, beim idealen Gitter bei 0 K die Fermi-Energie in der Höhe der oberen Bandkante des abgesenkten Teilbandes oder darüber liegen, so daß sich alle Löcher nur im Teilband mit abwärts gerichtetem Spin befinden. Dies ist aber genau die Definition für einen starken Band-Ferromagneten¹¹⁰⁾.

Der Gitterabstand, der sich bei Zimmertemperatur einstellen würde, wenn kein Ferromagnetismus auftritt, wird allein festgelegt durch den Verlauf der interatomaren Potentialkurven (bzw. die Bandstruktur) der die Bindungskräfte zwischen den Atomen bestimmt und der auch die marten-

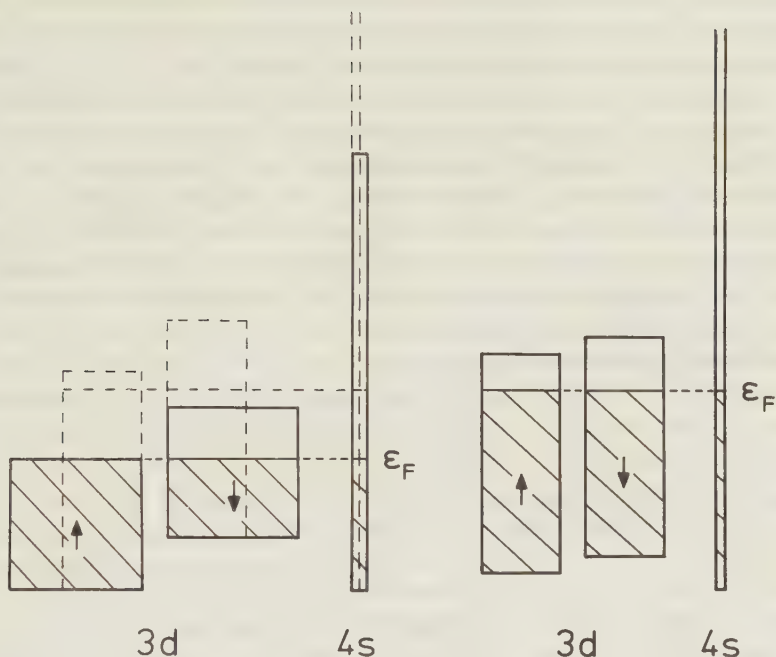


Abb. 51 Skizze zur Veränderung der Bandstruktur durch Verkleinerung des Gitterabstandes von a_i auf a_{f0} im Invar-Gebiet

sitische Umwandlung bei geringen Ni-Konzentrationen hervorruft⁴⁾. Durch Extrapolation von Hochtemperaturmessungen der Gitterkonstanten¹⁰⁸⁾ und der paramagnetischen Ausdehnungskoeffizienten⁴⁾ wurde der in Abb. 50 dargestellte Verlauf der paramagnetischen Gitterkonstanten bei Raumtemperatur berechnet.

Wie in Abb. 50 zu erkennen, ist das paramagnetische Gitter bei Zimmertemperatur gegenüber dem idealen ferromagnetischen Gitter im Invar-Gebiet stark komprimiert, während es im übrigen Konzentrationsbereich nur wenig differierende Abstände hat. Da beim Übergang von Para- zu Ferromagnetismus Energie gewonnen wird, kann das Gitter bei diesem Übergang unter Aufbringung von elastischer Energie so deformiert werden, daß sich annähernd der ideale Gitterabstand einstellt. Nur im Invar-

Gebiet wird der ideale Gitterabstand auch durch Aufweitung nicht einmal annähernd erreicht. Der Kristall bleibt dort auch im ferromagnetischen Zustand gegenüber dem idealen Gitter komprimiert.

Eine Komprimierung des Gitters verursacht eine Verbreiterung der 3d-Bänder und, da keine neuen Zustände entstehen, eine Abnahme der Energiedichte wie mehrfach im Zusammenhang mit der Berechnung der Druckabhängigkeit der spontanen Magnetisierung und der Curie-Temperatur sowie der erzwungenen Magnetostriktion festgestellt wurde⁵⁵⁾⁵⁶⁾⁹⁹⁾⁻¹⁰¹⁾. Dadurch wird, wie in Abb. 51 skizziert, die Zahl der Bohrschen Magnetonen pro Atom verkleinert und damit auch die Austauschenergie, womit über die Verringerung der Austauschspaltung ΔE_A die Zahl der Bohrschen Magnetonen noch weiter abgesenkt wird. Auf diese Weise kommt es zum schnellen Abfall der spontanen Magnetisierung $M(0,0)$ mit der Ni-Konzentration, so daß bei ca. 30 % die Bedingungen für "very weak itinerant" Ferromagnetismus⁴⁴⁾:

$$\Delta E_A \rightarrow 0 \quad \text{und} \quad \zeta_0 = M(0,0)/M_1(0,0) \ll 1$$

erfüllt sind. Die kritische Konzentration c_0 , bei der $M(0,0)$ gegen 0 geht, ist damit durch den Gitterparameter festgelegt.

Wenn man das Gitter im Invar-Gebiet künstlich vergrößert, so daß der ideale Abstand zwischen den Atomen erreicht wird, so sollte sich nach den obigen Überlegungen die spontane Magnetisierung gemäß der in Abb. 50 eingezeichneten Tangenten einstellen, und die Curie-Temperatur sollte sich deutlich erhöhen. Durch eine Einlagerung von Kohlenstoff auf Zwischengitterplätzen konnte von Adler und Radeloff³⁸⁾ das Gitter von Invar-Legierungen erheblich vergrößert und die ideale spontane Magnetisierung tatsächlich angenähert, sowie T_C deutlich erhöht werden. Eine bedeutende Erhöhung der spontanen Magnetisierung und von T_C beobachtete auch Gradmann¹¹¹⁾ bei der Aufweitung des Gitters epitaktisch aufgedampfter Invar-Einkristallschichten. Gradmann¹¹¹⁾ stellte auch fest, daß aufgeweitete dünne kfz-Eisenschichten ferromagnetisch sind. Dies entspricht qualitativ ebenfalls den obigen Überlegungen und bestätigt die Feststellung, daß im Invar-Gebiet kein Antiferromagnetismus auftritt, denn die Gitterkonstante bei 29 % ist gegenüber der nach Raumtemperatur extrapolierten von γ -Fe¹¹²⁾ noch um 0.5 % größer.

Die Suszeptibilität der geschmolzenen Invar-Legierungen¹¹³⁾, die zu einer Zahl der Bohrschen Magnetonen entsprechend der idealen Slater-Geraden führt, ist ein weiteres Indiz dafür, daß die Bohrschen Magnetonen durch die Abweichung der realen Gitterkonstanten von a_1 entsprechend der Skizze in Abb. 51 unterdrückt werden.

Mit Hilfe der Modellvorstellung des "idealen Gitterabstandes" a_1 läßt sich auch der Verlauf der Curie-Temperatur T_C im Bereich von 75 - 45 % berechnen. Dazu wird angenommen, daß wie in klassischer Näherung¹¹⁰⁾ der Energiegewinn des Gitters durch den Übergang von Paramagnetismus zu Ferromagnetismus bei 0 K pro Elektron mit ungepaartem Spin

$$k \cdot T_C = c_1 \cdot M(0,0)$$

ist, wobei c_1 eine Konstante darstellt. Für den Energiegewinn des

Gitters gilt dann bei Zimmertemperatur:

$$(M(0, T_R)/M(0,0)) \cdot k \cdot T_C = c_1 \cdot M(0, T_R).$$

Da aber nach Abb. 50 im genannten Konzentrationsbereich eine Aufweitung des Gitters stattfindet, geht ein Teil der gewonnenen Energie als elastische Energie proportional zu Δa_R^2 verloren:

$$(M(0, T_R)/M(0,0)) \cdot k \cdot T_C = c_1 \cdot M(0, T_R) - c_2 \cdot \Delta a_R^2$$

Die Konstanten c_1 und c_2 wurden durch Anpassung bei 73 und 65 % bestimmt. Die damit berechneten Curie-Temperaturen T_C stimmten im Rahmen der Rechnung bis zu 45 % mit den von Crangle und Hallam gemessenen Werten⁵⁾ überein. Bei Ni-Konzentrationen unterhalb von 45 % ergaben sich viel zu niedrige T_C -Werte. Offenbar ist hier die zur Aufweitung des Gitters notwendige Energie erheblich kleiner als im anderen Bereich, was qualitativ der obigen Vorstellung eines im Invar-Gebiet geänderten interatomaren Potentials entspricht. Diese "Weichheit" des Kristalls ist sicher auch noch neben der Differenz $a_1 - a_F$ mit bestimmend für die große positive Volumenmagnetostriktion im Invar-Gebiet.

Betrachtet man, wie in Abb. 51 skizziert, auch den Einfluß der Komprimierung auf das 4s-Band, und nimmt an, daß dieses entweder relativ stärker dilatiert wird oder tiefer reicht als das 3d-Band, so erhält man eine teilweise Entleerung des 4s-Bandes. Damit ließe sich die in Abb. 52 dargestellte Erhöhung des spezifischen Widerstandes im Invar-Gebiet

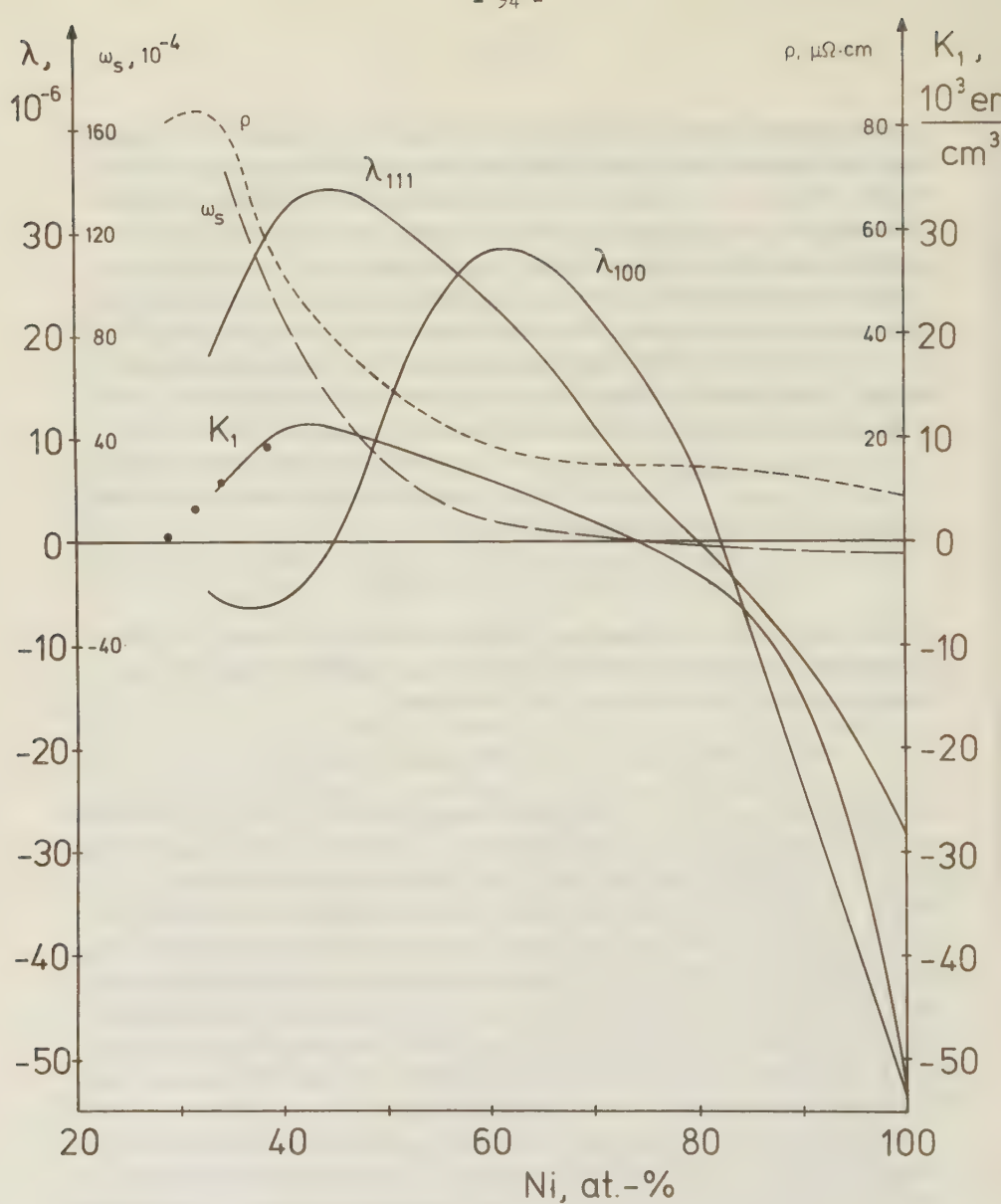


Abb. 52 Übersichtsdiagramm mit

- $\lambda_{111}, \lambda_{100}$ — : = Magnetostruktionskonstanten (nach⁸¹⁾)
 K_1 — : = Kristallanisotropiekonstanten (nach⁸¹⁾ und ¹¹⁴⁾)
 K_1 • : = Kristallanisotropiekonstanten nach eigenen Messungen
 ω_s — : = spontane Volumenmagnetostruktion (nach⁴⁾)
 ρ - - - : = spezifischer Widerstand bei 0°C (nach⁹⁾)

deuten. Auffallend ist jedenfalls der kniende Verlauf der spontanen Magnetostriktion und des spezifischen Widerstandes (Abb. 52).

Einen weiteren Hinweis für den Wert der entwickelten Vorstellung stellt die Tatsache dar, daß die Kristallanisotropiekonstante K_1 (bestimmt durch Spin-Bahn WW) für ungeordnete Legierungen¹¹⁴⁾ gerade dort durch Null geht, wo die paramagnetische Gitterkonstante gleich der idealen ist, und der spezifische Widerstand horizontal verläuft. Die Tangente an die T_c -Kurve in diesem Punkt sollte die jeweils ideale Curie-Temperatur liefern.

Die Magnetostraktionskonstanten⁸¹⁾ zeigen im Invar-Gebiet (Abb. 52), außer daß sie mit der Magnetisierung gegen Null gehen keine Besonderheiten.

Das Modell des "idealen Gitterparameters" macht nach den obigen Ausführungen im Rahmen des Bandmodells nahezu sämtliche Invar-Effekte verständlich, einschließlich des Auftretens des "very weak itinerant" Ferromagnetismus:

1. Durch die "Komprimierung" des idealen Gitters wird $M(0,0)$ und T_c verkleinert sowie ρ vergrößert.
2. Das reale ferromagnetische Gitter zeigt große positive Volumenmagnetostriktion, da es sich durch Vergrößerung dem idealen Gitter nähert. Die damit zusammenhängende Druckabhängigkeit von $M(0,0)$ und T_c wurde bereits früher im Rahmen des Bandmodells berechnet, auch die Druckabhängigkeit von ρ sollte sich so ergeben. Mit der Volumenmagnetostriktion eng verknüpft sind die elastischen Konstanten. Die besonders große Abweichung vom normalen Verlauf beim Kompressionsmodul, die im Gegensatz zum Schermodul auch über T_c nicht sofort beendet ist²⁵⁾, wird mit der obigen Vorstellung ebenfalls verständlich.
3. Das Magnetfeld am Fe-Kern B_n geht schneller gegen Null als die Magnetisierung $M(0, T_r)$, da bei der "Komprimierung" wahrscheinlich auch der effektive $3d$ -Radius verkleinert wird oder die Zahl der Bohrschen Magnetonen am Fe-Atom schneller abnimmt als am Ni-Atom.
4. Der Verlauf der Curie-Temperatur im Bereich von 45 bis 73 % wird richtig vorausgesagt.

VIII ZUSAMMENFASSUNG

Die Bereichsstruktur von (110)-Ni-Fe-Invar-Einkristallscheiben aus 29.0, 31.5, 34.2 und 38.7 % wurde mit Hilfe des Kerr-Effektes beobachtet. Sie ließ sich mit den am Beispiel von Fe-Si her bekannten allgemeinen Regeln für Ferromagnetika erklären. Die Bereichsstrukturen von Ni-Fe-Invar-Kristallen sind wesentlich durch Verspannungen, verursacht von Konzentrationsinhomogenitäten, bestimmt. Durch lange Glühungen konnten ausgewählte Scheiben homogenisiert und ihre Bereichsstruktur erwartungsgemäß vereinfacht werden.

Zur Deutung der Bereichsstrukturen wurden auch Kerr- bzw. Oberflächenmagnetisierungskurven aufgenommen, und zwar so, daß zwischen Wandverschiebungs- und Drehprozessen unterschieden werden konnte.

Die spontane Magnetisierung und die Kristallanisotropiekonstante K_1 , bestimmt aus Magnetisierungskurven des Volumens, zeigten in Abhängigkeit von der Temperatur das für Ferromagneten typische Verhalten.

Entgegen den in der Einleitung zitierten Vorstellungen verhielten sich auch die Proben mit 29.0 % rein ferromagnetisch. Sie hatten eine spontane Magnetisierung bei Raumtemperatur von ca. 250 G, Mössbauer-Messungen bei 29.0 % ergaben ein an Fe-Kernen verschwindendes Magnetfeld.

Dieser Effekt, sowie die übrigen Invar-Erscheinungen, konnten mit der Einführung eines "idealen Gitterparameters" im Rahmen des Band-Modells qualitativ erklärt werden. Es gelang sogar mit dieser Modellvorstellung, die Curie-Temperatur im Bereich von 45 - 73 % richtig zu berechnen. Außerdem zeigt sich, daß die Legierungen mit weniger als 30 % Ni die Bedingungen für "very weak itinerant" Ferromagnetismus gut erfüllen sollten.

Literatur

- 1) P.Chevenard Rev.Métall.25 S.14 (1928)
- 2) H.Matsumoto Sci.Rep.Tohoku Univ.20 S.101 (1931)
- 3) M.Kornetzki Z.Physik 98 S.289 (1936)
- 4) Y.Tanji J.Phys.Soc.Japan 31 S.1366 (1971)
- 5) J.Crangle and G.C.Hallam Proc.Roy.Soc.A272 S.119 (1963)
- 6) G.F.Bolling, A.Arrot and R.H.Richman
phys.stat.sol.26 S.743 (1968)
- 7) Y.Bando J.Phys.Soc.Japan 19 S.237 (1964)
- 8) P.Chevenard Rev.d.nickel 3 S.55 (1932)
- 9) Y.Shirikawa Sci.Rep.Tohoku Univ.27 S.485 (1939)
- 10) M.Kornetzki Phys.Z.44 S.296 (1943)
- 11) L.Patrick Phys.Rev.93 S.384 (1954)
- 12) R.C.Wayne and L.C.Bartel Phys.Letters 28A S.196 (1968)
- 13) J.M.Leger and C.Susse-Loriers Phys.Letters 37A S.145 (1971)
- 14) D.Gugan Proc.Phys.Soc.London 72 1013 (1958)
- 15) E.I.Kondorskij et V.L.Sedov J.Phys.Rad.20 S.185 (1959)
- 16) E.I.Kondorskij and V.L.Sedov Soviet Phys.JETP 11 561 (1960)
- 17) J.S.Kouvel and R.H.Wilson J.Appl.Phys.32 S.435 (1961)
- 18) W.Köster Z.Metallkunde 35 S.194 (1943)
- 19) G.A.Alers, J.R.Neighbours and H.Sato
J.Phys.Chem.Solids 13 S.40 (1960)
- 20) K.P.Belov, G.J.Kataev and R.Z.Levitin
Soviet Phys.JETP 10 S.670 (1960)
- 21) Y.Tino and T.Maeda J.Phys.Soc.Japan 18 S.955 (1963)
- 22) T.Maeda J.Phys.Soc.Japan 30 S.357 (1971)
- 23) Y.Tanji J.Phys.Soc.Japan 30 S.133 (1971)
- 24) G.Hausch and H.Warlimont Phys.Letters 41A S.437 (1972)
- 25) G.Hausch and H.Warlimont Z.Metallkunde 63 S.547 (1972)
- 26) Y.Nakamura, M.Shiga and Y.Endoh Proc.Int.Conf.Magnetism
Nottingham 1964 S.144
- 27) Y.Nakamura, Y.Takeda and M.Shiga J.Phys.Soc.Japan 25 S.287 (1968)
- 28) Y.Tino and T.Maeda J. Phys.Soc.Japan 24 S.729 (1968)
- 29) H.Asano J.Phys.Soc.Japan 25 S.286 (1968)
- 30) A.A.Hirsch and Z.Elizezer IEEE Trans.Mag.6 S.732 (1970)
- 31) Y.Tino J.d.Physique 32 C1-1121 (1971)
- 32) Y.Y.Yurchikov and A.Z.Men'shikov
Phys.Metal Metall.32(1) 169 (1971)
- 33) Y.Tino and J.Arai J.Phys.Soc.Japan 32 S.941 (1972)

- 34) J.C.Slater Phys.Rev.36 S.57 (1930)
- 35) A.Sommerfeld and H.Bethe Handbuch Physik 24/II S.595 (1933)
- 36) E.I.Kondorskij and V.L.Sedov J.Appl.Phys.31S S.331 (1960)
- 37) S.K.Sidorov and A.V.Doroshenko phys.stat.sol.16 737 (1966)
- 38) E.Adler und C.Radeloff Z.angew.Phys.26 S.105 (1969)
- 39) G.Hausch phys.stat.sol. (1973)
- 40) R.J.Weiss Proc.Phys.Soc.82 S.281 (1963)
- 41) R.J.Weiss Phil.Mag.26 S.261 (1972)
- 42) A.P.Midownik Acta Metall.18 S.541 (1970)
- 43) E.J.Hayes and A.P.Midownik phys.stat.sol.(a) 10 K43 (1972)
- 44) E.P.Wohlfarth J.Appl.Phys.39 S.1061 (1968)
- 45) J.Mathon and E.P.Wohlfarth phys.stat.sol.30 K132 (1968)
- 46) E.P.Wohlfarth Phys.Letters 28A S.568 (1969)
- 47) E.P.Wohlfarth Phys.Letters 31A S.525 (1970)
- 48) E.J.Hayes and E.P.Wohlfarth Phys.Letters 37A 385 (1971)
- 49) E.P.Wohlfarth phys.stat.sol.(a) 10 K39 (1972)
- 50) E.P.Wohlfarth and L.C.Bartel Phys.Letters 34A S.303 (1971)
- 51) E.P.Wohlfarth Comm.Solid State Phys.III 88 (1970)
- 52) J.Mathon Proc.Roy.Soc.A306 S.355 (1968)
- 53) M.Shimizu and S.Hirooka Phys.Letters 27A S.530 (1968)
- 54) M.Shimizu J.d.Physique 32 C1-1115 (1971)
- 55) A.Katsuki and K.Terao J.Phys.Soc.Japan 26 S.1109 (1969)
- 56) K.Terao and A.Katsuki J.Phys. Soc.Japan 27 S.321 (1969)
- 57) M.Shiga Solid State Comm.7 S.559 (1969)
- 58) E.C.Stoner Phil.Mag.(7) 15 S.1018 (1933)
- 59) S.Kachi, H.Asano and N.Nakanishi J.Phys.Soc.Japan 25 S.285 (1968)
- 60) S.Kachi and H.Asano J.Phys.Soc.Japan 27 S.536 (1969)
- 61) S.Shtrikman and E.P.Wohlfarth Physica 60 S.427 (1972)
- 62) G.Hausch and H.Warlimont Acta Metall. (1973)
- 63) C.A.Fowler and E.M.Fryer Phys.Rev.94 S.52 (1954)
- 64) J.Kranz und W.Drechsel Z.Physik 150 S.632 (1958)
- 65) J.Kranz und A.Hubert Z.angew.Physik 15 S.220 (1963)
- 66) J.Kranz und O.D.Scherber Z.angew.Physik 28 S.13 (1969)
- 67) H.Stremme, O.D.Scherber and J.Kranz Int.J.Magn.3 S.221 (1972)

- 68) W.Köster und J.Raffelsieper Z.Metallkunde 42 387 (1951)
- 69) M.Hansen Constitution of Binary Alloys S.677
New York 1958
- 70) J.Kranz und B.Passon Z.Physik 161 525 (1961)
- 71) J.Kranz und B.Passon Z.angew.Phys. 13 122 (1961)
- 72) M.Lambeck Z.angew.Phys. 18 506 (1965)
- 73) C.Kittel Rev.Mod.Phys. 21 541 (1949)
- 74) B.A.Lilley Phil.Mag. 41 792 (1950)
- 75) L.Spaček Ann.Physik (7) 5 217 (1960)
- 76) A.Hubert, W.Heinicke und J.Kranz Z.angew.Phys. 19 521 (1965)
- 77) A.Hubert Z.angew.Phys.18 474 (1965)
- 78) A.Hubert Dissertation, München 1965
- 79) A.Hubert Z.Physik 198 414 (1967)
- 80) R.Becker und W.Döring Ferromagnetismus S.156 Springer-
Verlag 1939
- 81) R.M.Bozorth and J.G.Walker Phys.Rev. 89 624 (1953)
- 82) W.Voigt Lehrbuch der Kristallphysik S.560,
Leipzig, 1910
- 83) C.Kittel Introduction to Solid State Physics,
Fourth Edition S.135, New York 1971
- 84) H.Bauer private Mitteilung
- 85) Th.Heumann und A.Kottmann Z.Metallkunde 44 139 (1953)
- 86) R.M.Bozorth J.Appl.Phys. 8 575 (1937)
- 87) F.Hegg Arch.sci.phys.nat.(4) 29 592 (1910)
- 88) R.M.Bozorth and D.M.Chapin J.Appl.Phys. 13 320 (1942)
- 89) J.Kranz und C.Bodewig Z.Physik 142 396 (1955)
- 90) P.Mazzetti, G.Montalenti, G.P.Scardo
J.Physique 33 113 (1972)
- 91) R.W.Cochrane and G.M.Graham Can.J.Phys. 48 264 (1970)
- 92) G.Dietz und R.G.Meingast Z.angew.Phys. 31 77 (1971)
- 93) H.Dahl und G.Schulz Z.angew.Phys. 29 117 (1970)
- 94) C.E.Johnson, M.S.Ridout and T.E.Cranshaw
Proc.Phys.Soc. 81 1079 (1963)
- 95) R.S.Preston, S.S.Hanna and J.Heberle
Phys.Rev. 128 2207 (1962)
- 96) H.Wegener Der Mössbauer-Effekt S.122, Mannheim
1966
- 97) R.E.Watson and A.J.Freemann Phys.Rev. 123 2027 (1961)

- 98) F.M.Galperin and N.A.Gavrilov phys.stat.sol. 40 53 (1970)
- 99) V.Heine Phys.Rev. 153 673 (1967)
- 100) N.D.Lang and H.Ehrenreich Phys.Rev. 168 605 (1968)
- 101) E.P.Wohlfarth J.Phys.C2 68 (1969)
- 102) J.Kanamori Prog.Theor.Phys.30 275 (1963)
- 103) J.Kanamori J.Appl.Phys. 36 929 (1965)
- 104) L.Hodges, H.Ehrenreich and N.D.Lang
Phys.Rev. 152 505 (1966)
- 105) H.Hasegawa and J.Kanamori J.Phys.Soc.Japan 31 382 (1971)
- 106) H.Hasegawa and J.Kanamori J.Phys.Soc.Japan 33 1599 (1972)
- 107) M.Shiga Solid State Comm. 10 1233 (1972)
- 108) E.A.Owen, E.L.Yates and A.H.Sully
Proc.Phys.Soc. 49 315 (1937)
- 109) J.C.Slater Phys.Rev. 49 537 (1936)
- 110) E.C.Stoner Proc.Royal.Soc. A 165 372 (1938)
- 111) U.Gradmann private Mitteilung
- 112) E.Esser, W.Eilender und K.Bungardt
Arch.Eisenhüttenwesen 14 341 (1941)
- 113) Y.Nakagawa J.Phys.Soc.Japan 12 7000 (1957)
- 114) U.Hofmann Z.angew.Phys. 22 106 (1967)

ANHANG: Kerr-Magnetisierungskurven und Bereichsbilder
bei Zimmertemperatur für $H \parallel [011]$ und $H \parallel [111]$
sowie Beobachtungen des entmagnetisierenden Fel-
des und der Rückdrehung der Spins

1. $H \parallel [011]$

a) Bereichsbilder

Beim Anlegen eines Magnetfeldes parallel zur $[011]$ -Achse, zeigt die Bereichsstruktur der 38.7 % Scheibe (Abb. 53) nicht das von Fe-Si her bekannte regelmäßige Sägezahnmuster⁷⁷⁾⁷⁸⁾. Schon die mit 50 Hz eingestellte Struktur des entmagnetisierten Zustandes weist, im Gegensatz zu Fe-Si, eine kleinere Balkenbreite (10 statt 7 Balken) und eine deutlich veränderte Abschlußstruktur am oberen und unteren Rand gegenüber dem Fall $H \parallel [100]$ auf. Im Feld von +100 Oe bildet sich nur andeutungsweise vom Rand her ein Sägezahnmuster aus, das, wiederum vom Rand her, bei Erhöhung des Feldes durch eine neue, Papillar-Mustern ähnliche Struktur verdrängt wird. Bei +300 Oe sind die Bereiche in der Mitte der Probe so klein, daß sie nicht mehr aufgelöst werden können, und nur am unteren und oberen Rand, entsprechend dem kleineren inneren Magnetfeld, wegen dem größeren effektiven entmagnetisierenden Feld in diesem Gebiet, ist die Papillarstruktur noch deutlich erkennbar.

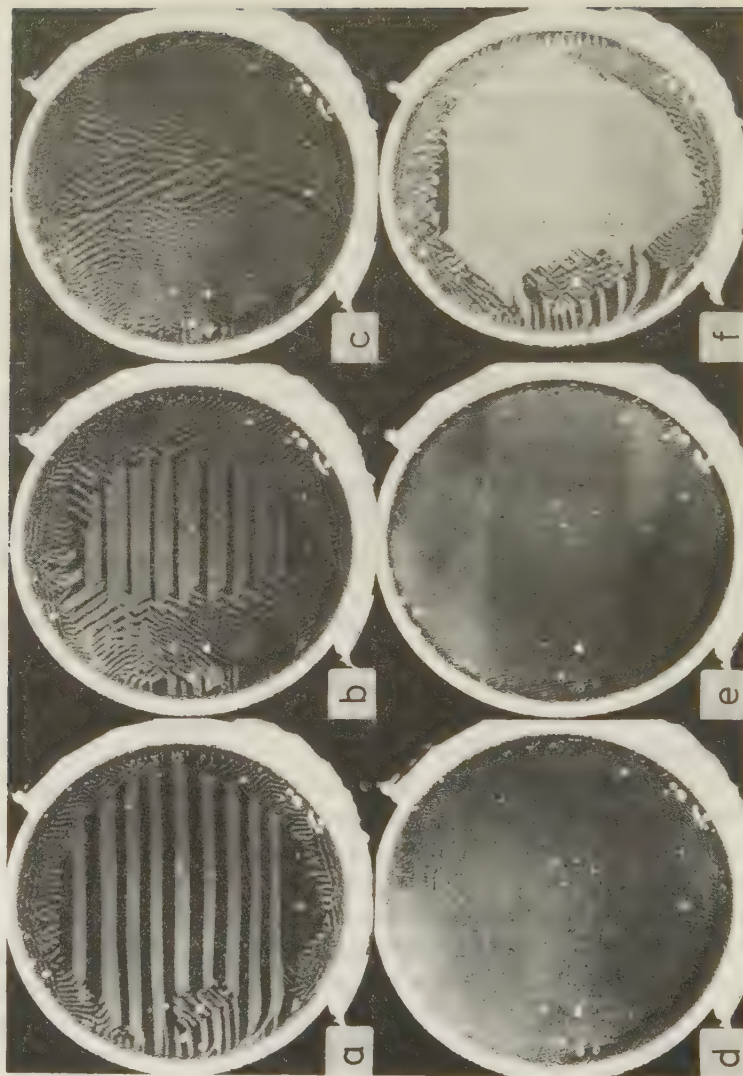
Bei einer weiteren Erhöhung des Feldes auf +400 Oe treten, obwohl das Probenvolumen nahezu gesättigt ist (Abb. 21), neben der mittleren, leicht konkaven grauen Zone, entsprechend der Magnetisierung $\parallel$ zur $[011]$ -Richtung, auch größere Fleckenbereiche auf, die zum oberen und unteren Rand in die feine Papillar-Struktur übergehen. Auffallend ist die Aufteilung der oberen und unteren Bereiche in vorwiegend helle links oben und rechts unten und vorwiegend dunkle rechts oben und links unten wie sie auch schon bei 300 Oe auftritt. Die Ursache dafür ist folgende:

Wegen der verhältnismäßig großen effektiven entmagnetisierenden Feldstärke, reicht das Feld H_1 nicht aus, die Magnetisierung parallel zur $[011]$ -Achse auszurichten. Da aber Zwischenlagen ($U_{111} > U_{011}$) energetisch noch ungünstiger sind, stellt sich die Magnetisierung an der Oberfläche annähernd parallel zur kleinen Komponente $\uparrow\uparrow$ bzw. $\uparrow\downarrow$ zur $[100]$ -

mit 50 Hz entmagnetisiert

100 Oe

230 Oe



300 Oe

400 Oe

Remanenz bei 0 Oe nach
Sättigung

Abb. 53 Bereichsstruktur der 38.7 % Scheibe bei einem $\parallel$ zur $[011]$ -Achse angelegten Magnetfeld

Achse des H_1 ein, das leicht konvex verläuft wegen der "Verbiegung" des Magnetfeldes durch die Probe selbst, was direkt am konkaven Verlauf der grauen Zone zu erkennen ist. Die hellen Bereiche entsprechen einer Magnetisierung parallel zur [100]-Achse.

Eine weitere interessante Erscheinung beobachtet man nach dem Sättigen der Oberfläche in +[011]- bzw. -[011]-Richtung, wenn man das Feld herunterregelt: Es stellt sich eine große Oberflächenremanenz in +[100]- bzw. -[100]-Richtung ein. Die Rückseite hatte jeweils die entgegengesetzte Remanenz, so daß das Streufeld in diesem Fall offensichtlich durch vorwiegend annähernd parallel zur Oberfläche verlaufende 180° -Blochwände in der Probe kompensiert wurde. Dieser Effekt konnte auch an anderen Proben beobachtet werden und ist somit nicht von Verspannungen und Fehlorientierungen abhängig. In Abschnitt 2 (S. XIII f.) für parallel zur [111]-Achse angelegte Magnetfelder wird darüber noch eingehender diskutiert. Daß an Fe-Si ähnliche Erscheinungen nicht beobachtet wurden, liegt wahrscheinlich daran, daß die Feldstärken zur Sättigung der Oberfläche in [011]-Richtung nicht ausreichten⁷⁸⁾; möglicherweise auch an der dort um den Faktor 50 größeren Kristallanisotropieenergie.

Die in Abb. 54 vergrößert wiedergegebene idealisierte Bereichsstruktur für -250 Oe zeigt, daß sich das Papillar-Muster zusammensetzt aus Strukturen, die den von Hubert an Fe-Si⁷⁷⁾⁷⁸⁾ beobachteten Säulen- und Kordelstrukturen ähnlich sind.

Die Bereichsstruktur der Einkristallscheibe aus 34.2 % bei Magnetfeldern parallel zur [011]-Achse (Abb. 55) zeigt wegen der Verspannungen keine markanten Muster. Im entmagnetisierten Zustand sind die Lamellen etwas gleichmäßiger und in einem kleineren Winkel zur [100]-Achse angeordnet als in Abb. 31a (S. 58). Erst bei verhältnismäßig großen Feldern treten deutliche Bereichsumordnungen an der Oberfläche ein, die zu verschwommenen Lamellengebieten und zu fleckenartigen größeren Bereichen führen. Wie bei 38.7 % bilden sich auch in diesem Fall bei hohen Feldern vorwiegend helle bzw. dunkle Gebiete rechts oben und links unten bzw. links oben und rechts unten je nach Feldrichtung aus. Die mittlere graue Zone bei -550 bzw. +500 Oe ist nur schwach zu erkennen.

Die Bereichsstruktur bei von -550 auf 0 Oe zurückgeregeltem Feld zeigt keine Remanenz. Die Oberfläche konnte mit 550 Oe wegen der größeren Dicke der Probe nicht gesättigt werden. Die Lamellen haben sich noch gleichmäßiger ausgerichtet als im idealisierten Zustand.

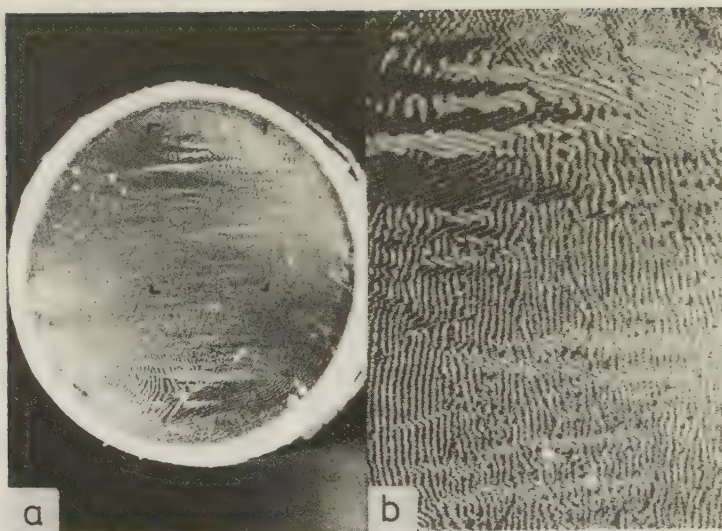


Abb. 54 Idealisierte Bereichsstruktur der 38.7 % Scheibe für ein parallel zur $[011]$ -Achse angelegtes Magnetfeld von -250 Oe

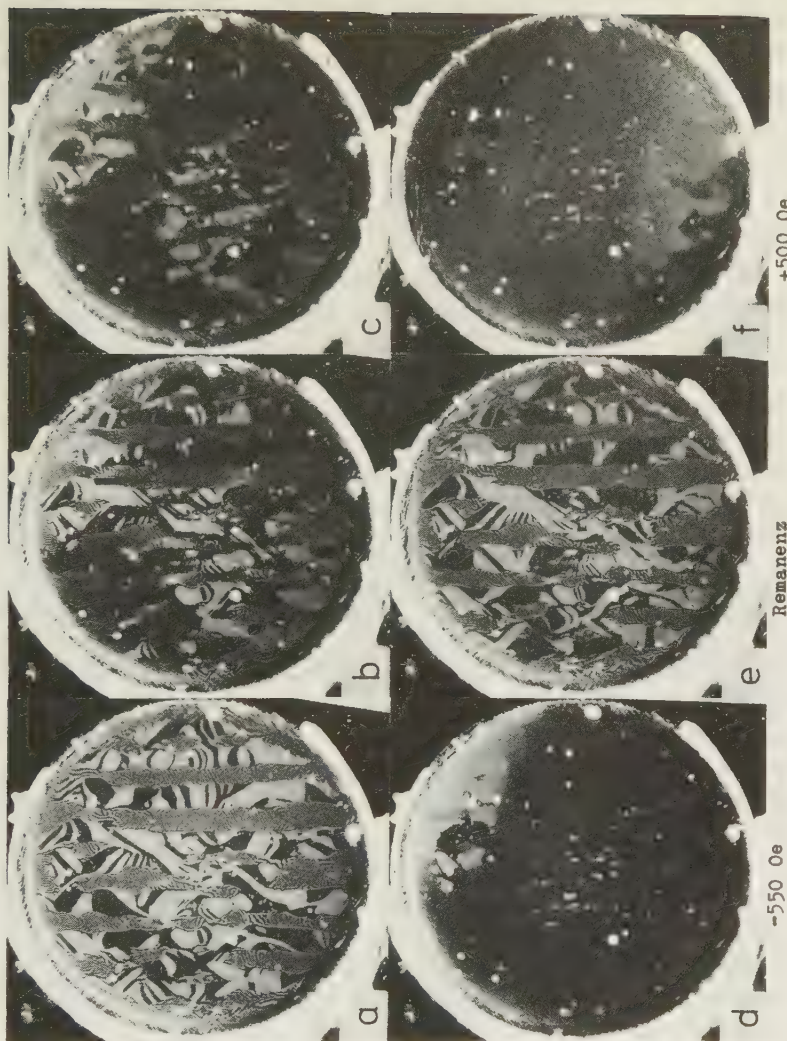
Die fleckenartige Bereichsstruktur der 29.0 % Scheibe (Abb. 56) zeigt beim Magnetfeld parallel zur $[011]$ -Achse keine Besonderheiten. Auch hier macht sich die Abweichung des inneren Feldes H_i von der Homogenität bemerkbar; der remanente Zustand zeigt je nach Richtung des davor eingeschalteten sättigenden Feldes vorwiegend helle bzw. dunkle Bereiche rechts oben und links unten bzw. links oben und rechts unten.

Wegen der größeren lokalen Spannungen zeigt die Bereichsstruktur der 31.6 % Scheibe vor der Homogenisierung (Abb. 67) ein anderes Verhalten als die der 34.2 % Probe. Es tritt praktisch keine Aufteilung in vorwiegend helle und dunkle Gebiete auf und die mittlere graue Zone zeigt unterschiedliche Helligkeiten.

mit 50 Hz entmagnetisiert

-250 Oe

-350 Oe



-550 Oe

Remanenz

+500 Oe

Abb. 55 Bereichsstruktur einer 34.2 % Scheibe bei einem $\parallel$ zur $[011]$ -Achse angelegten Magnetfeld

Nach der Homogenisierung (Abb. 58) treten, soweit es der Kontrast erkennen läßt, neben den größeren Fleckenbereichen keine Grauschattierungen in der mittleren Zone (Abb. 58 e) oder andere Besonderheiten auf.

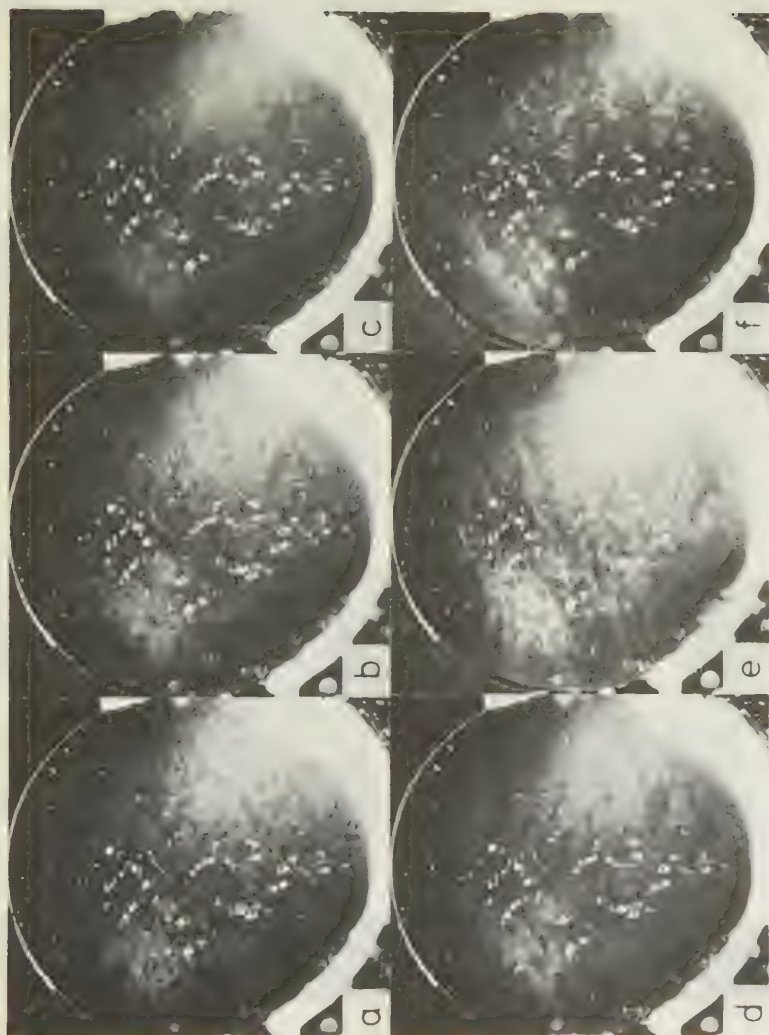
b) Kerr-Magnetisierungskurven

Die in Abb. 59 wiedergebene [011]-Kerr-Magnetisierungskurve der 38.7 % Probe zeigt einige interessante Erscheinungen:

Zwischen -390 Oe und +390 Oe (durch Pfeile gekennzeichnet) verläuft die Kurve mittelpunktsymmetrisch, die Intensität also linear zur Magnetisierung, während außerhalb dieser Grenzen eine quadratische Abhängigkeit besteht. Nach den Vorüberlegungen auf S. 53 f. folgt daraus, daß in dem angegebenen Feldstärkenbereich nur Wandverschiebungen und außerhalb nur Drehprozesse auftreten. Bis zu ca. 250 Oe, der Feldstärke, bei der im Volumen die Magnetisierung die [010]- und [001]-Richtung maximal und die [100]-Achse nicht mehr besetzt (Abb. 21), existieren an der Oberfläche fast nur Bereiche (Abschlußbereiche) mit der LR parallel und antiparallel zur [100]-Achse (Abb. 54), wie die Intensität zeigt. Während bei weiterer Erhöhung der Feldstärke die Magnetisierung im Inneren der Einkristallscheibe in die [011]-Richtung gedreht wird, tritt auf der Oberfläche nur eine Vermehrung von winzigen Bereichen (Abb. 53) mit einer Magnetisierungskomponenten parallel zur [011]-Richtung auf. Möglicherweise sind es die Wände (an der Oberfläche wahrscheinlich Néel-Wände wegen der kleinen Kristallanisotropieenergie), die eine Komponente parallel zu [011] liefern. Erst nachdem das Volumen des Kristalls fast gesättigt ist, wird die Magnetisierung der Bereiche an der Oberfläche in die [011]-Richtung gedreht, wie auch die bei 400 Oe auftauchende graue Zone in Abb. 53 zeigt. Die Sättigung wird nicht vor 800 Oe erreicht.

Die Scheibe aus 34.2 % liefert eine ähnliche [011]-Kerr-Magnetisierungskurve (Abb. 60 oben) wie die 38.7 % Probe. Es bestehen jedoch einige wichtige Unterschiede. Die Intensität verläuft nahezu quadratisch mit der Magnetisierung, da, wahrscheinlich wegen der lokalen Spannungen, fast keine für die Magnetisierung in [011]-Richtung wirksamen "Wandverschiebungen" stattfinden, obwohl Bereiche mit einer Komponenten parallel

mit 50 Hz entmagnetisiert -105 Oe -190 Oe



Remanenz bei 0 Oe
nach Sättigung

+80 Oe

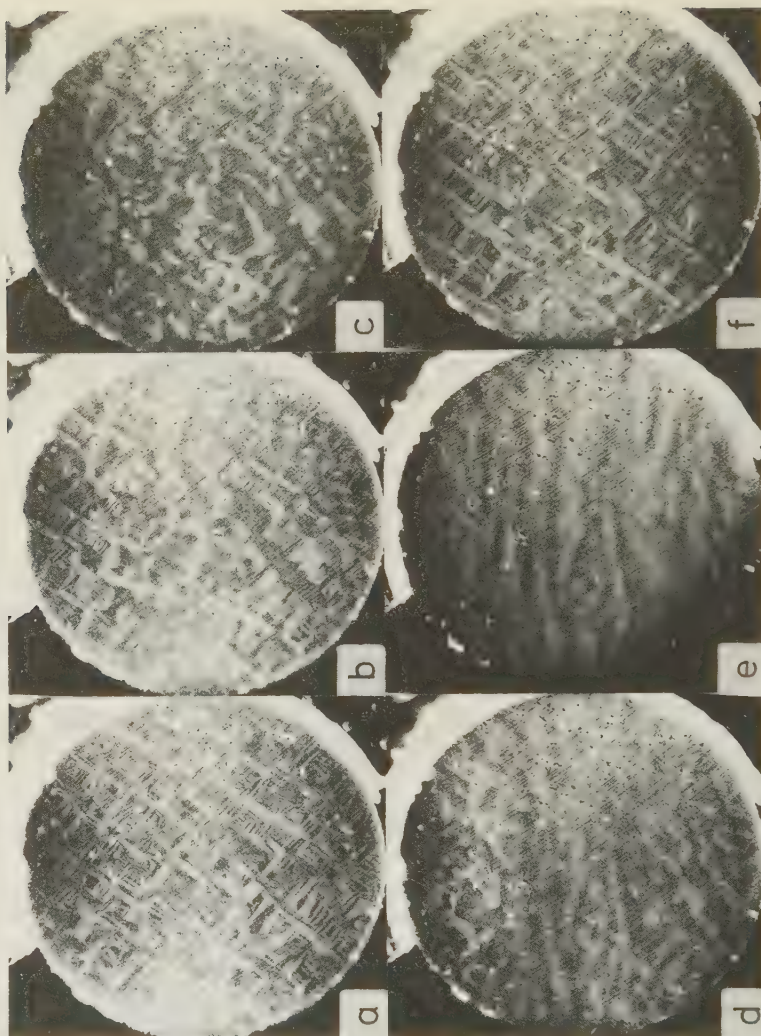
Remanenz bei 0 Oe nach
Sättigung

Abb. 56 Bereichsstruktur einer 29.0 % Scheibe bei einem parallel zur [011]-Achse angelegten Magnetfeld

mit 50 Hz entmagnetisiert

100 Oe

200 Oe



Remanenz bei 0 Oe
nach Sättigung

500 Oe

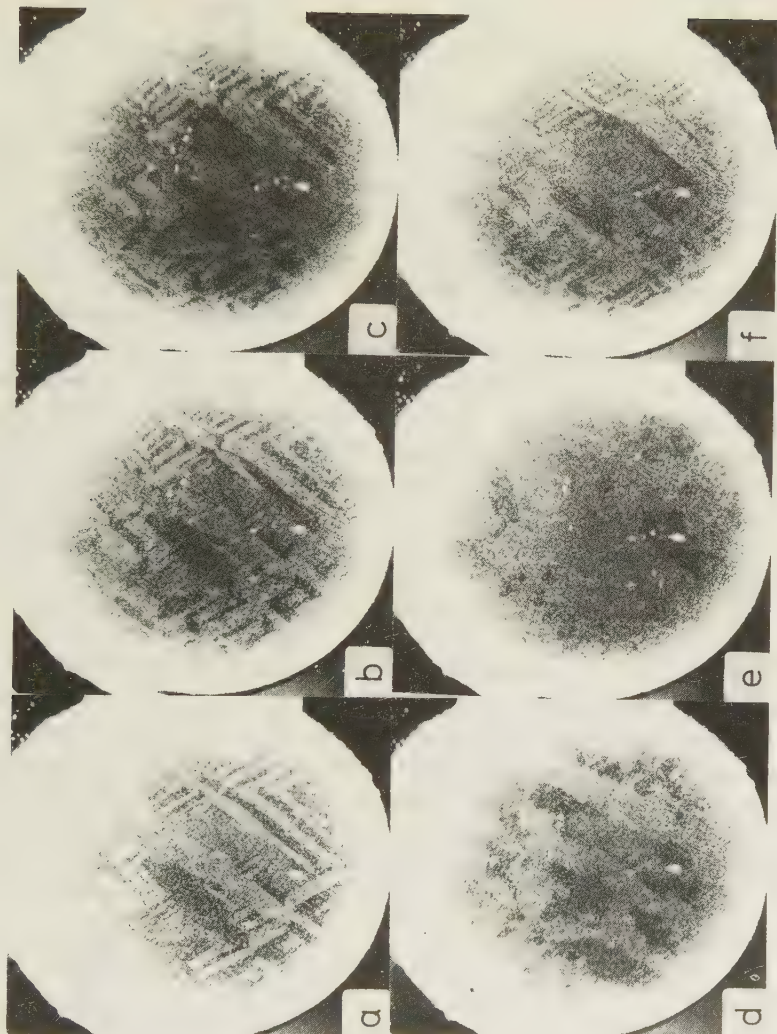
300 Oe

Abb. 57 Bereichstruktur einer 31.6 % Scheibe vor der Homogenisierung bei einem parallel zur [011]-Achse angelegten Magnetfeld

mit 50 Hz entmagnetisiert

100 Oe

150 Oe



200 Oe

250 Oe

Remanenz bei 0 Oe
nach Sättigung

Abb. 58 Bereichsstruktur der 31.6 % Scheibe nach der Homogenisierung für ein parallel zur [011]-Achse angelegtes Magnetfeld

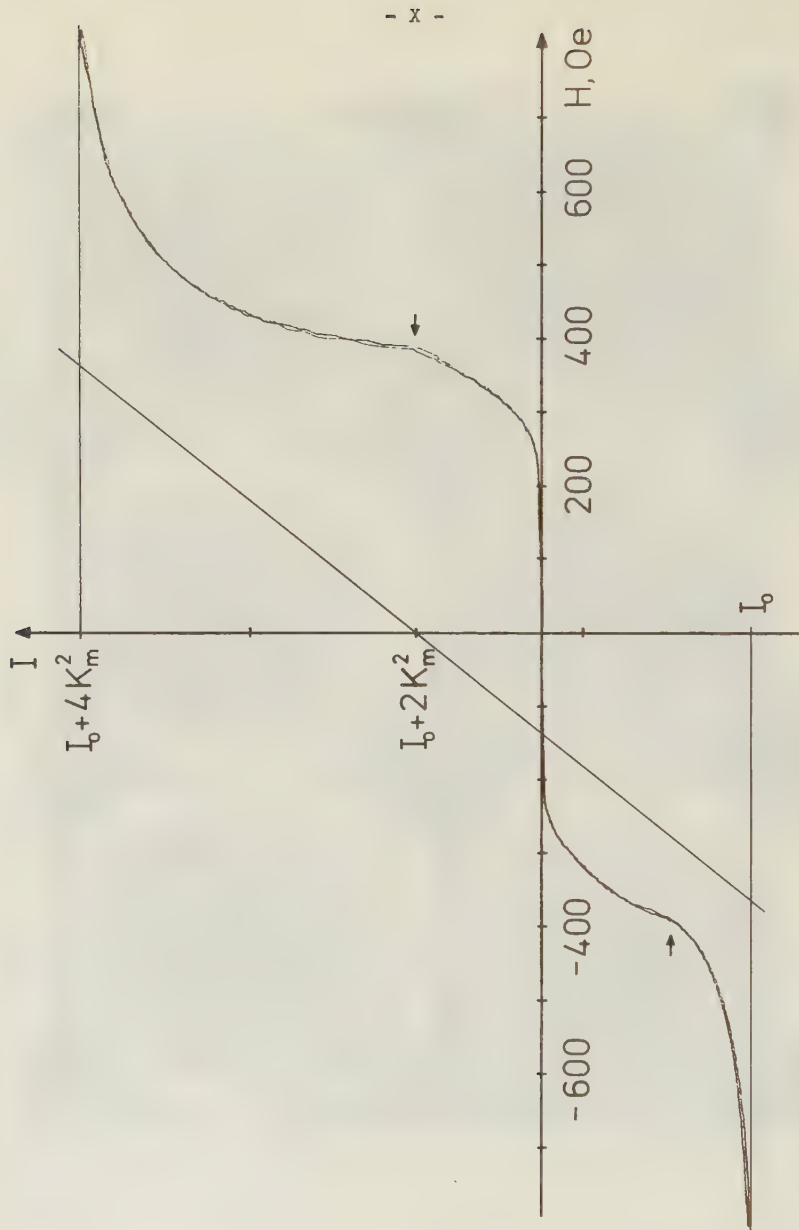


Abb. 59 Kerr-Magnetisierungskurve und Volumen-Entmagnetisierungsgerade der 38.7 % Scheibe, $H \parallel [011]$, Intensität I in Vielfachen von K_m , die Pfeile zeigen den Übergang von Wandverschiebungs- zu Drehprozessen an

zur [011]-Achse existieren, wie die (negative) Hysterese zeigt und frühere Beobachtungen ergeben (S. 21 f.).

Bei der Probe mit 29.0 % treten wieder mehr "Wandverschiebungen" in Bereichen mit Magnetisierungsponenten parallel zur [011]-Achse auf, wie die Abweichung der [011]-Kurve (Abb. 60 unten) vom horizontalen Verlauf in der Mitte zeigt. Wegen der kleinen Kristallanisotropieenergie ist es wahrscheinlich, daß Bereiche mit geringer Abweichung der LR von der [100]-Achse durch Wandverschiebungen auf Kosten anderer (ohne Abweichung der LR) wachsen.

Den Einfluß der Homogenisierung zeigt sehr deutlich die Gegenüberstellung der [011]-Kurven der 31.6 % Scheibe vor (Abb. 61 oben) und nach (Abb. 61 unten) der Homogenisierung. Während vor der Homogenisierung auch bei kleinen Feldstärken Bereiche mit Komponente parallel zur [011]-Achse existieren, erkennbar an der Hysterese und der Abweichung vom horizontalen Verlauf in der Mitte, liefert die Probe danach eine Kerr-Kurve, die der von 38.7 % sehr ähnlich ist.

c) Diskussion der [011]-Kerr-Magnetisierungskurven

Gegenüber den [100]-Kerr-Magnetisierungskurven gestatten die in diesem Abschnitt gezeigten Meßkurven und Beobachtungen zusätzliche Aussagen über den Verlauf des entmagnetisierenden Feldes, den Mechanismus der Ummagnetisierung der Oberflächenbereiche und damit über die Kristallanisotropieenergie, sowie über eventuell auftretende Abweichungen der LR von der [100]-Achse bei kleinen Feldern. Dabei zeigt sich, wie leicht man bei den gewählten Versuchsbedingungen zwischen Wandverschiebungen und Drehprozessen unterscheiden kann.

2. H || [111]

a) Bereichsbilder

Die in Abb. 62 gezeigten Bereichstrukturen der 38.7 % Scheibe bei in [111]-Richtung angelegten Magnetfeldern verhalten sich ähnlich wie die von Fe-Si⁷⁸⁾. Es bildet sich bei -200 Oe die von Hubert⁷⁸⁾ berechnete "Band-Struktur" mit einem Winkel der Bändern gleichenden hellen Bereiche von ca. +60° zur [100]-Achse aus. Das idealisierte Bereichsmuster bei 0 Oe entspricht dem für H || [011]. Bei -300 Oe ist die Ober-

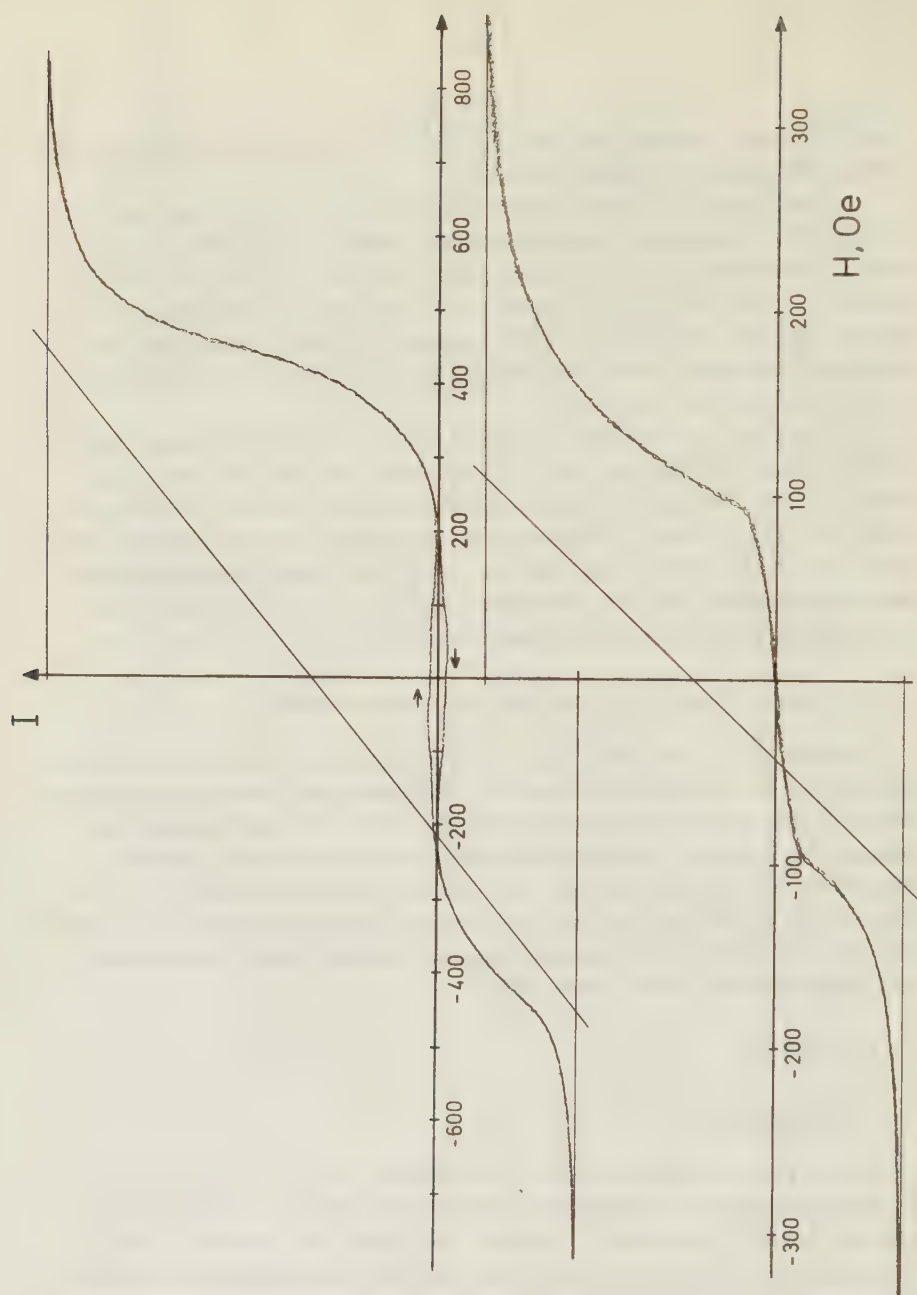


Abb. 60 Kerr-Magnetisierungskurven und Volumen-Entmagnetisierungsgeraden der 34.2 % (oben) und 29.0 % Scheibe (unten), $H \parallel [011]$, Intensität in willkürlichen Einheiten

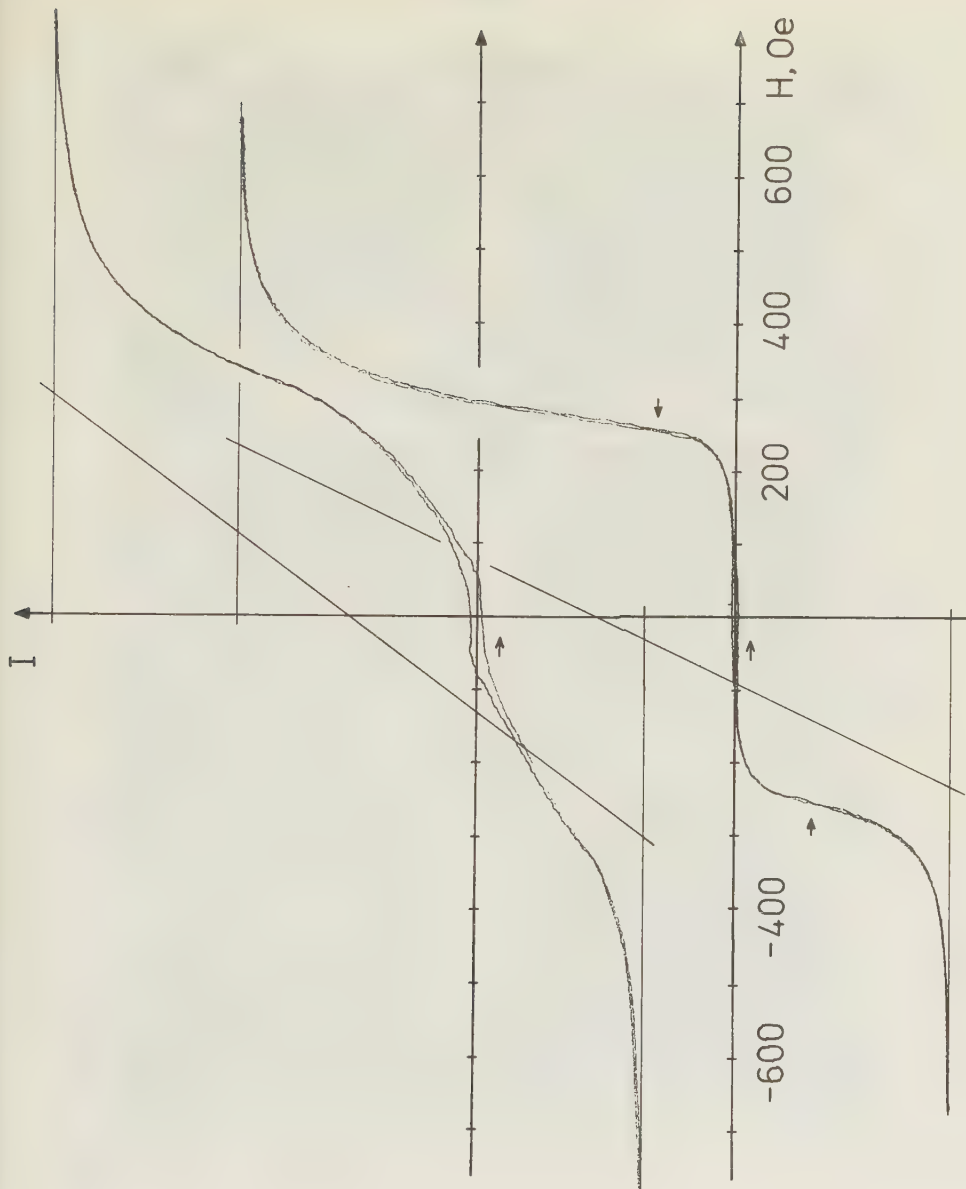


Abb. 61 Kerr-Magnetisierungskurven und Volumen-Entmagnetisierungsgeraden der 31.6 % Scheibe vor (oben) und nach (unten) der Homogenisierung, $H \parallel [011]$

fläche homogen, sehr wahrscheinlich in $-[100]$ -Richtung, magnetisiert. Eine direkte Beobachtung des Eindrehens der Spins in die $-[111]$ -Richtung war wegen des geringen Kontrastes nicht möglich. Beim Herunterregeln des Magnetfeldes nach der Sättigung bilden sich vorübergehend in den Randgebieten "Papillar"- und "Bänder"-Muster aus. Während das Magnetfeld gegen 0 geht, bleibt die Oberfläche vorwiegend in $-[100]$ -Richtung magnetisiert. Die "Remanenz" ist fast so groß wie im Fall eines parallel zur $[011]$ -Achse angelegten Feldes (Abb. 53 S. II), obwohl nach der Magnetisierung in $[100]$ -Richtung die Remanenz klein war (Abb. 30 und 33 S. 56 und 60). Das Streufeld wird wieder durch die entgegengesetzte Magnetisierung der Rückseite kompensiert.

Die wechselfeldidealisierte Bereichsstruktur der 34.2 % Scheibe (Abb. 63 a) entspricht einer mittleren Einstellung zwischen den Fällen H parallel $[100]$ und H parallel $[011]$. Durch das Magnetfeld werden die Lamellen (Abb. 63 b) ähnlich wie die von Hubert⁷⁸⁾ beobachteten Spannungsmuster, annähernd parallel zur $[111]$ -Achse ausgerichtet und bleiben es auch bei angeschaltetem Feld (Abb. 63 c).

Bei der 29.0 % Scheibe wird die Bereichsstruktur wesentlich durch den Verlauf des entmagnetisierenden Feldes bestimmt (Abb. 63 d,e), wie das konkav senkrecht zur $[111]$ -Achse verlaufende Muster zeigt. Die Remanenz ist wie im Falle H parallel $[100]$ maximal (Abb. 63 f).

Die 31.6 % Scheibe lieferte weder vor noch nach der Homogenisierung bei parallel zur $[111]$ -Achse angelegtem Magnetfeld besondere Bereichsstrukturen (Abb. 64).

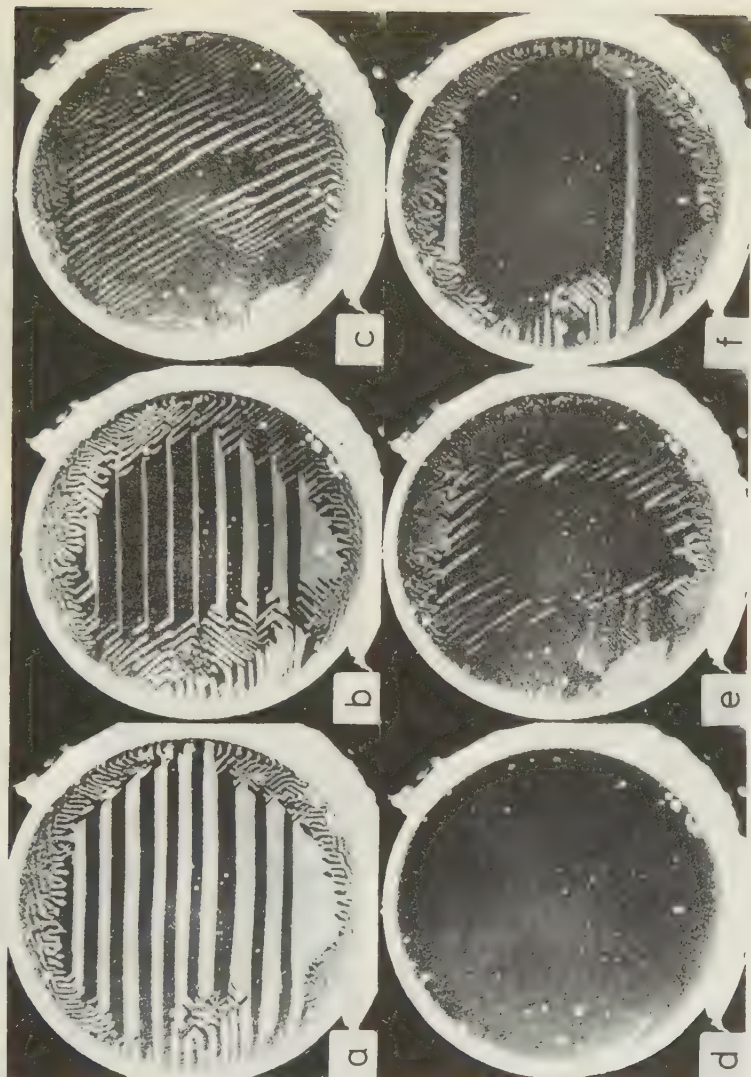
b) Kerr-Magnetisierungskurven

In den Kerr-Magnetisierungskurven der 38.7 % Scheibe für H $\parallel$ $[111]$ und H $\parallel$ $\bar{[111]}$ (Abb. 65) ist deutlich die bereits bei den Beobachtungen der Bereichsstrukturen für H $\parallel$ $[111]$ und auch H $\parallel$ $[011]$ gefundene große "Remanenz" der Vorderseite in $[100]$ -Richtung zu erkennen. Die Kurve für H $\parallel$ $\bar{[111]}$ entspricht nahezu genau derjenigen der Rückseite für H $\parallel$ $[111]$, so daß tatsächlich die große positive Hysterese der Vorderseite durch die annähernd gleich große negative Hysterese der Rückseite kompensiert wird.

mit 50 Hz entmagnetisiert

-100 Oe

-200 Oe



-300 Oe

-150 Oe nach
Sättigung

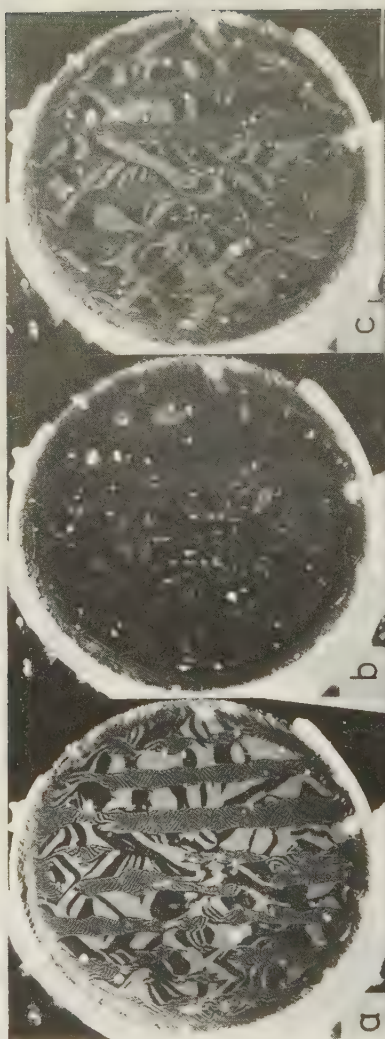
Remanenz bei 0 Oe

Abb. 62 Bereichsstruktur der 38.7 % Scheibe bei einem $\parallel$ zur $[111]$ -Achse angelegten Magnetfeld

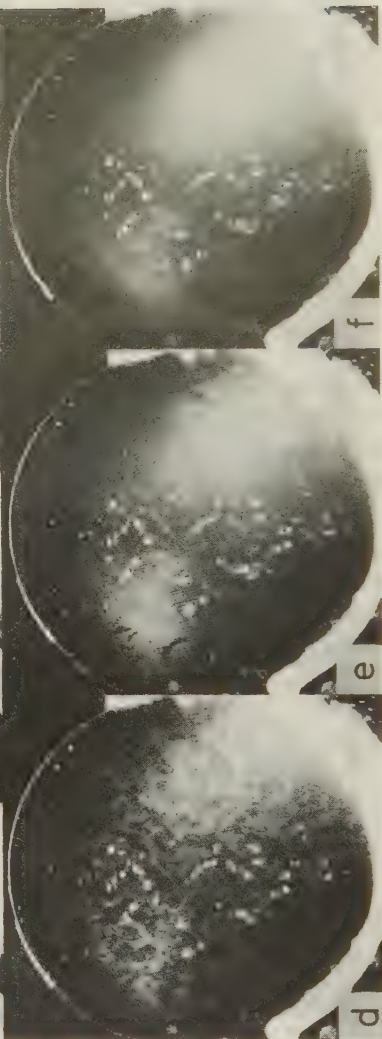
mit 50 Hz entmagnetisiert

-200 Oe

Remanenz nach Sättigung



34.2 %



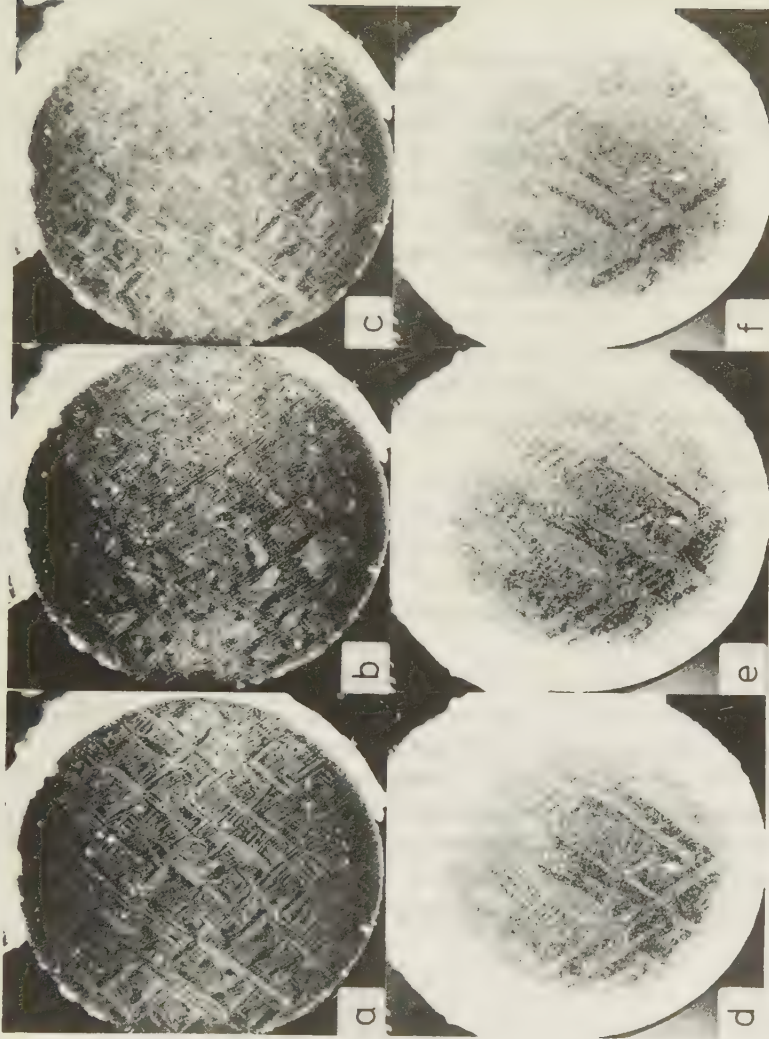
29.0 %

Abb. 63 Bereichsstruktur der 34.2 (oben) und 29.0 % Scheibe (unten) bei einem || zur [111]-Achse angelegten Magnetfeld

mit 50 Hz entmagnetisiert

-100 Oe

Remanenz nach Sättigung



vor der
Homogenisie-
rung

nach der
Homogenisie-
rung

Abb. 64 Bereichsstruktur der 31,6 % Scheibe vor (oben) und nach (unten) der Homogenisierung bei einem $\parallel$ zur $[111]$ -Achse angelegten Magnetfeld

Sehr ähnliche Kurven wurden auch an einer anderen Probe mit 38.9 % gemessen.

Die Kerr-Magnetisierungskurven bestätigen damit die zunächst überraschende Erkenntnis, daß die Spins beim Zurückdrehen aus der $[011]$ -, der $[111]$ - und selbst der $\bar{[111]}$ -Richtung (im letzten Fall hauptsächlich wegen der Streufeldkompensation der anderen Oberfläche) sich bevorzugt auf der Vorderseite in die $[100]$ -Richtung und auf der Rückseite in die $\bar{[100]}$ -Richtung einstellen, obwohl bei reinen Wandverschiebungsprozessen ($H \parallel [100]$) keine wesentliche Remanenz besteht. Eine Begründung dafür wird in der Diskussion gegeben.

Wie bei $H \parallel [011]$ treten zwischen -250 Oe und +250 Oe vorwiegend nur Wandverschiebungen auf, erkennbar am punktsymmetrischen Verlauf der Kurven, während erst oberhalb der Feldstärke, bei der das Volumen fast gesättigt ist, die Magnetisierung der Oberfläche deutlich in die $[111]$ -Achse gedreht wird.

Trotz der Verspannungen, die im wesentlichen das Zurückdrehen der Spins in der Oberfläche bestimmen, zeigen die Kerr-Kurven der 34.2 % Probe (Abb. 66 oben und Mitte) mit der deutlich größeren Hysterese für $H \parallel [111]$ gegenüber dem Fall $H \parallel \bar{[111]}$ ebenfalls eine Bevorzugung der remanenten Oberflächenmagnetisierung in $[100]$ -Richtung bei dem Zurückdrehen aus $[011]$.

Die Kerr-Kurve der 29.0 % Scheibe (Abb. 66 unten) wird ausschließlich durch die Hysterese der Magnetisierung parallel zur $[100]$ -Achse (Behinderung der Wandverschiebungen) bestimmt.

Wie zu erwarten, zeigen die Kerr-Kurven der 31.6 % Probe (Abb. 67) vor (wegen der großen Verspannungen) und nach der Homogenisierung (wegen der großen Hysterese der Magnetisierung parallel zur $[100]$ -Achse) nur bei genauer Analyse den Effekt der Bevorzugung einer bestimmten Richtung beim Zurückdrehen der Spins.

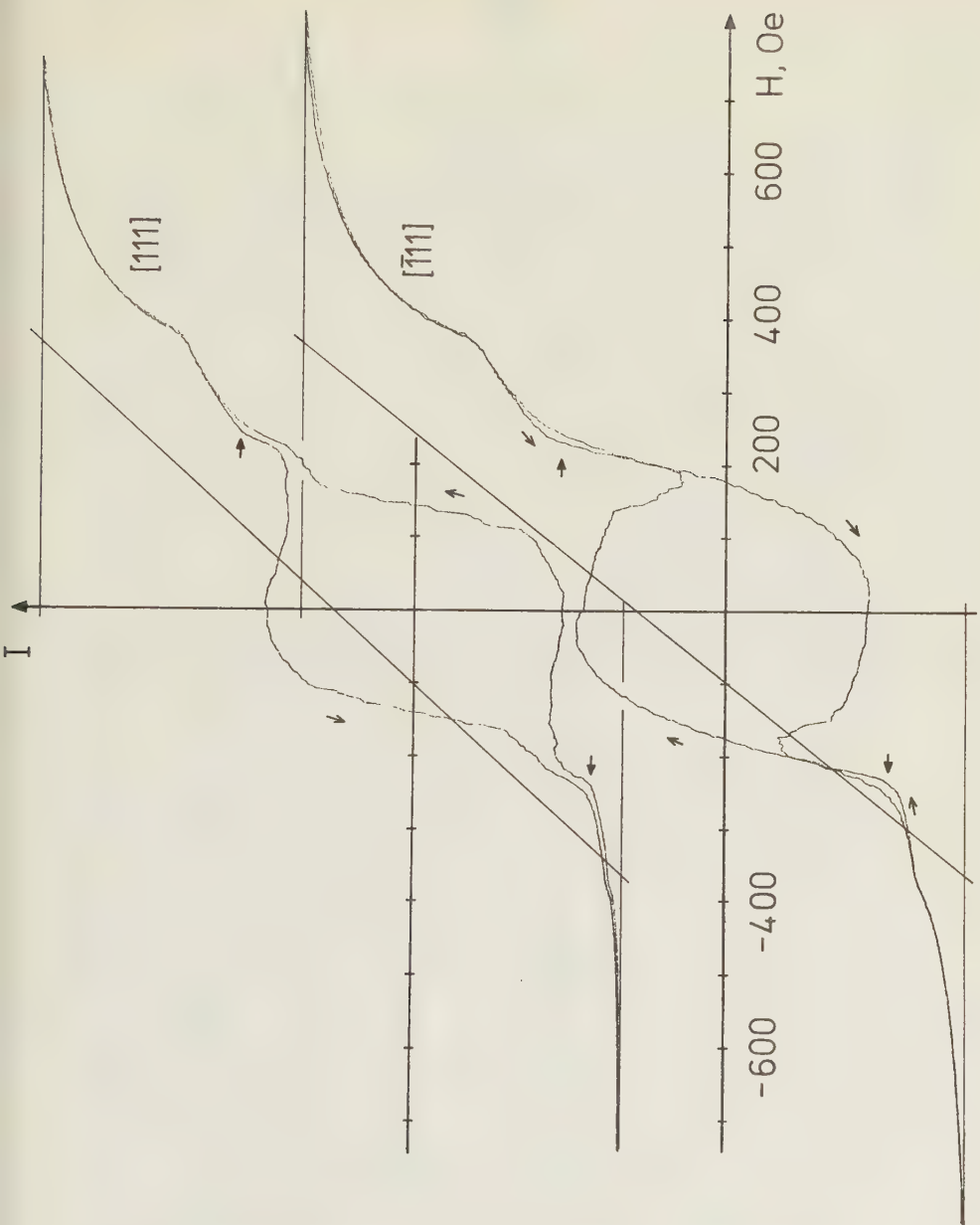


Abb. 65 Kerr-Magnetisierungskurven und Volumen-Entmagnetisierungskurven der 38.7 % Scheibe für $H \parallel [111]$ und $H \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$, Intensität in willkürlichen Einheiten

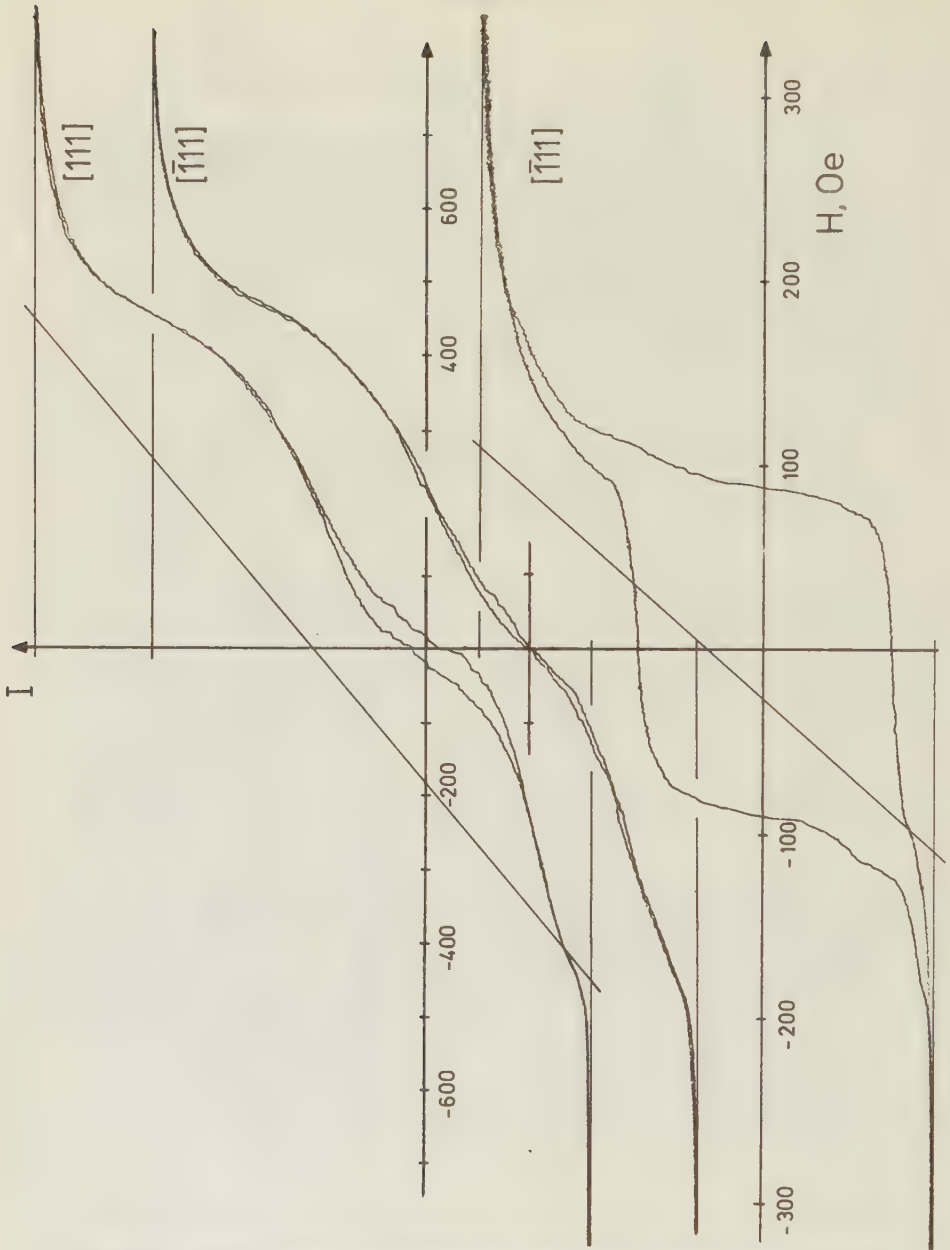


Abb. 66 Kerr-Magnetisierungskurven und Volumen-Entmagnetisierungsgeraden der 34.2 % (oben und Mitte) und 29.0 % Scheibe (unten), Intensität in willkürlichen Einheiten

c) Diskussion der $[111]$ -Kerr-Magnetisierungskurven

Neben der Information über Bereichsumordnungen liefern die Beobachtungen und Meßkurven dieses Abschnitts neue Erkenntnisse über das Zurückdrehen der Spins aus der schweren in die leichten Richtungen bei unverspannten Einkristallscheiben.

Eine einfache Erklärung für die beobachtete Erscheinung erhält man, wenn man die Spins als Kreisel betrachtet. Das magnetische Moment der Spins soll dem Drehimpulsvektor gleich gerichtet sein. Es sei nun die Probe in $[011]$ -Richtung gesättigt und damit die Drehimpulsvektoren in $[011]$ ausgerichtet. Beim Ausschalten des Feldes tritt wegen der Kristallanisotropieenergie eine Kraft auf, die die Spins der Vorderseite (eine $(0\bar{1}1)$ -Fläche) in die $[001]$ -Richtung und die der Rückseite (eine $(01\bar{1})$ -Fläche) in die $[010]$ -Richtung stellen möchte (Koordinatensystem wie in einer früheren Arbeit⁶⁷). Es treten damit auf der Vorderseite ein Drehmomentvektor in $[100]$ -Richtung und auf der Rückseite in $[\bar{1}00]$ -Richtung auf, so daß die Spins sich bevorzugt in $[100]$ -Richtung auf der Vorderseite und in $[\bar{1}00]$ -Richtung auf der Rückseite einstellen, denn ein Kreisel ist stets bestrebt, den Drehimpulsvektor parallel zum Drehmomentvektor einzustellen. Damit wird die Vorderseite im Idealfall, sofern keine Störungen durch Spannungen oder Inhomogenitäten auftreten, nach einer Sättigung in $[011]$ -Richtung homogen in $[100]$ -Richtung und die Rückseite homogen in $[\bar{1}00]$ -Richtung beim Ausschalten des Magnetfeldes magnetisiert sein. Die Blochwände verlaufen dann nur im Inneren der Probe annähernd parallel zur Oberfläche, aber wahrscheinlich nicht eben.

Ist die Scheibe in $[111]$ -Richtung magnetisiert, so können die Spins wegen der entsprechenden Komponenten durch Relaxationsmechanismen sich auch direkt in die $[100]$ -Richtung beim Ausschalten des Magnetfeldes einstellen. Dies führt dazu, daß die Rückseite nicht mehr homogen in $[\bar{1}00]$ -Richtung magnetisiert ist, sondern auch Bereiche (allerdings wenige, wie die große negative Hystere in Abb. 65 zeigt) in $[100]$ -Richtung vorhanden sind, die über das Streufeld Bereiche auf der Vorderseite in $[\bar{1}00]$ -Richtung hervorrufen.

Damit werden die Beobachtungen und Messungen verständlich. Eine systematische Untersuchung müßte auch quantitative Ergebnisse über den Spinrelaxationsmechanismus in Ferromagnetika liefern.

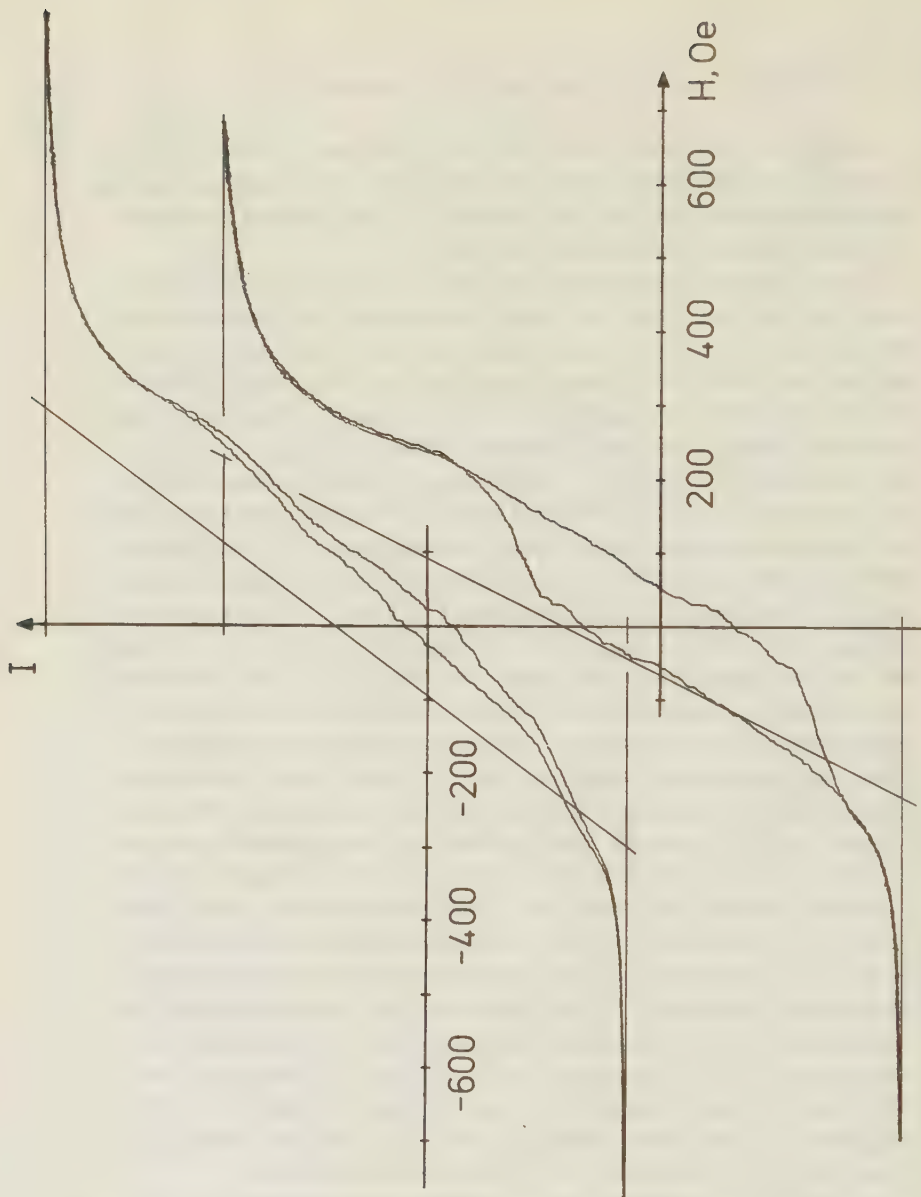


Abb. 67 Kerr-Magnetisierungskurven und Volumen-Entmagnetisierungsgeraden der 31.6 % Scheibe vor (oben) und nach (unten) der Homogenisierung, $H \parallel [111]$, Intensität in willkürlichen Einheiten

3. Zusammenfassung des Anhanges

Beim Vergleich der Kerr-Kurven mit den Bereichsbildern und den Volumenmagnetisierungskurven konnten neue Aussagen gemacht werden. Es ergab sich eine neue Methode zur direkten Ausmessung des entmagnetisierenden Feldes auf der Oberfläche, ein Ansatzpunkt zur Untersuchung der Ummagnetisierungsprozesse in der Oberfläche, die in schweren Richtungen erheblich höhere Magnetfelder zur Sättigung benötigt als das Volumen und eine Aussage über den Rückstellmechanismus der aus der "Leichten Richtung" ausgelenkten Spins.

Herrn Professor Dr.J.Kranz danke ich für die Anregung und Betreuung dieser Arbeit.

Mein Dank gilt ferner Herrn Professor Dr. A.Faessler für die Überlassung eines Arbeitsplatzes und die Bereitstellung von Institutsmitteln.

Ebenfalls danken möchte ich Herrn Professor Dr.J.Kranz und Herrn Dr.P.Thielemann für die Durchführung der Mössbauer-Messungen, sowie Herrn Dr.K.Weber-Diefenbach für das Ausmessen der Konzentrationsprofile einiger Einkristallscheiben mit der Mikrosonde.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danke ich für die Unterstützung mit Sachmitteln.

Lebenslauf

Am 28. Mai 1943 wurde ich, Heinrich Erhard Hermann Stremme als Sohn des Geologen Dr. Helmut Stremme und seiner Ehefrau Johanna, geb. Benning, in Heidelberg als erstes von vier Kindern geboren.

Ab Herbst 1951 wohnten wir in Kiel, wo ich von 1953 bis zum Abitur am 27.2.1963 die Hebbelschule, Städtisches Neusprachliches und Mathematisch-Naturwissenschaftliches Gymnasium für Jungen besuchte.

Zum Sommer-Halbjahr 1963 immatrikulierte ich mich an der Universität Kiel für das Fach Physik. Nach dem Vordiplom im Juli 1965 setzte ich das Studium an der Universität München fort und schloß es mit der Diplom-Prüfung am 14. Juli 1969 ab. Anschließend begann ich mit der Dissertation, deren Thema mir Prof. Dr. J. Kranz gab, der auch das Thema meiner Diplomarbeit gestellt hatte.

